

راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده‌های شیمیایی محیط کار



(جلد ۸)

(مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH)

ترجمه و تدوین:

گروه عوامل شیمیایی و سموم

مرکز سلامت محیط و کار

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

سال ۱۴۰۴







- عنوان و نام پدیدآور : راهنمای نمونه برداری و آنالیز آلاینده های شیمیایی محیط کار (جلد ۸) : مطابق با آخرین ویرایش کتابچه راهنمای روش های ارزیابی NIOSH / نویسنده جعفر جندقی... [و دیگران] ؛ ترجمه و تدوین گروه عوامل شیمیایی و سموم مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی.
- مشخصات نشر : تهران: وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، ۱۴۰۴.
- مشخصات ظاهری : ۵۰۰ ص.: جدول.
- شابک دوره : ۹-۷۰-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- شابک جلد ۸ : ۵-۷۸-۵۹۶۴-۶۲۲-۹۷۸
- وضعیت فهرست نویسی : فیپا
- نویسندگان : جعفر جندقی، فریده گل بابایی، فاطمه صادقی گلوردی، فاطمه بهبویه جوزم، نفیسه نصیرزاده، سقراط عمری شکفتیک، منیره خادم، مهدی علی گل، نرگس رضوی، احمد خاکساری، حسین طلعتی، حسن وطن خواه، لیدا رفعتی
- یادداشت : کتابنامه.
- موضوع : آلاینده ها -- تجزیه و آزمایش
Pollutants -- Analysis
آلاینده ها
Pollutants
- شناسه افزوده : جندقی، جعفر، ۱۳۴۷-
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی. مرکز سلامت محیط و کار. گروه عوامل شیمیایی و سموم
- شناسه افزوده : ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی
- شناسه افزوده : Iran. Ministry of Health and Medical Education
- رده بندی کنگره : ۱۹۳TD
- رده بندی دیویی : ۶۲۸/۵۲
- شماره کتابشناسی ملی : ۱۰۰۹۲۷۲۰
- اطلاعات رکورد کتابشناسی : فیپا

اعضای گروه ترجمه، تدوین و ویرایش

نام و نام خانوادگی	سمت
دکتر جعفر جندقی	مسئول طرح
دکتر فریده گلبابایی	ناظر طرح
دکتر فاطمه صادقی گلوردی	مجری طرح
مهندس فاطمه بهبویه	مجری طرح
مهندس مهدی علی گلی	مجری و ویراستار
دکتر نفیسه نصیرزاده	مترجم و ویراستار
مهندس سقراط عمری شکفتیک	مترجم و ویراستار
دکتر منیره خادم	مترجم و ویراستار
مهندس فاطمه بهبویه	ویراستار
مهندس نرگس رضوی	مترجم
مهندس احمد خاکساری	مترجم
مهندس حسین طلعتی	مترجم
مهندس حسن وطن خواه	مترجم
مهندس لیدا رفعتی	مترجم

درباره کتاب راهنمای روش‌های آنالیز NIOSH:

موسسه ملی ایمنی و بهداشت شغلی^۱ (NIOSH) یک آژانس فدرال در ایالات متحده بوده؛ که مسئول انجام تحقیقات و ارائه توصیه‌هایی برای پیشگیری از آسیب‌ها و بیماری‌های ناشی از کار است. NIOSH بخشی از مرکز کنترل و پیشگیری از بیماری^۲ (CDC) در دپارتمان سلامت و خدمات انسانی ایالات متحده می‌باشد. راهنمای روش‌های ارزیابی NIOSH (NMAM)^۳ مجموعه‌ای از روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز معتبری بوده که در سطح جهان برای ارزیابی مواجهه‌های شغلی در زمینه بهداشت صنعتی (شغلی) و یا بهداشت حرفه‌ای استفاده می‌شود. روش‌هایی که در NMAM منتشر شده‌اند، با توجه به اهداف مواجهه در محیط‌های کاری، ارزیابی و اعتبارسنجی می‌شوند. روش‌های NIOSH در درجه اول به نمونه‌برداری و ارزیابی هوای محل کار می‌پردازند، اما NMAM برای نمونه‌های بیولوژیکی، سطحی، پوستی و فله‌ای نیز راهنمایی را پیشنهاد می‌کند. در NMAM، به‌غیر از خود روش‌ها، فصل‌هایی وجود دارد که پیش‌زمینه و راهنمایی را ارائه می‌نماید؛ که تعدادی دیگر از موضوعات را نیز پوشش می‌دهد. این فصول؛ برای افرادی که از روش‌های NIOSH استفاده می‌کنند؛ اطلاعات ارزشمندی را درباره تضمین کیفیت، راهنمای نمونه‌برداری، توسعه و ارزیابی روش، جمع‌آوری آئروسل و ... فراهم می‌کنند. همچنین فصل‌های NMAM منبع مناسبی را ارائه می‌کنند؛ که اغلب می‌توانند اطلاعات فنی موجود در جاهای دیگر متن‌ها را تقویت نمایند. این راهنماها به‌طور مداوم به‌روزرسانی می‌گردد، زیرا این روش‌ها یا تجدیدنظر شده و یا روش‌های جدیدتری ایجاد می‌شوند. NMAM به صورت آنلاین در صفحه وب NIOSH (www.cdc.gov/niosh/nmam) منتشر شده و در سراسر جهان به صورت آنلاین و رایگان در دسترس است. کاربران می‌توانند برای اطلاع از جدیدترین روش‌ها و فصل‌های راهنمای نمونه‌برداری و آنالیز به وبسایت فوق مراجعه نمایند.

1. The National Institute for Occupational Safety and Health (NIOSH)

2. Centers for Disease Control and Prevention (CDC)

3. The NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM)

پیشگفتار:

همگام با پیشرفت تکنولوژی و استفاده روز افزون از مواد شیمیایی در محیط کار، بروز اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با آنها نیز در میان شاغلین افزایش یافته است. به منظور کنترل مواجهه و کاهش اثرات نامطلوب ناشی از مواجهه با این مواد، لازم است پس از شناسایی، به ارزیابی خطرات و ریسک‌های بهداشتی ناشی از آنها پرداخته شود. بخش مهمی از فرآیند ارزیابی، اندازه‌گیری و تعیین مقدار کمی مواد شیمیایی است؛ که مطابق با روش‌های استاندارد ملی و بین‌المللی ارائه شده توسط سازمان‌های مرتبط انجام می‌گیرد. با توجه به این امر، در مجموعه حاضر روش‌های اندازه‌گیری و ارزیابی مهم‌ترین مواد شیمیایی مورد استفاده در محیط‌های کاری ارائه می‌شود؛ که می‌تواند مورد استفاده کارشناسان بهداشت حرفه‌ای فعال در زمینه‌های بازرسی، بخش خصوصی، صنایع و نیز کارشناسان آزمایشگاه‌های بهداشت حرفه‌ای قرار گیرد.

در تدوین این راهنما ضمن بهره‌گیری از آخرین دستاوردهای علمی، از تجربه کارشناسان و متخصصین حوزه ستادی مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، اساتید برجسته دانشگاهی و همکاران فعال در حوزه بهداشت حرفه‌ای سراسر کشور استفاده شده است. تمام تلاش مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت این بود که محصولی فاخر و شایسته ارائه نماید؛ تا بتواند توسط همکاران در سراسر کشور و کاربران سایر سازمان‌ها و دستگاه‌های اجرایی و بعضاً عموم مردم قابل استفاده باشد. به هر حال این مجموعه نیز ممکن است دارای نواقص و کاستی‌هایی باشد؛ که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحب‌نظران ارجمند دعوت می‌شود با ارائه نظرات و پیشنهادات خود، ما را در ارتقاء سطح علمی و نزدیکتر کردن هر چه بیشتر محتوای این رهنمود به نیازهای روز جامعه یاری نمایند؛ تا در ویراست‌های بعدی بکار گرفته شود.

به منظور دسترسی بهتر کاربران به این مجموعه، فایل الکترونیکی این راهنما بر روی تارگه‌های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدا) و مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت قرار گرفته و تنها نسخه‌های بسیار محدودی از آنها به چاپ رسیده است.

برخود وظیفه می‌دانیم که از زحمات تمام دست‌اندرکاران کارگروه ترجمه، تدوین و انتشار این راهنما، صمیمانه تشکر و قدردانی نموده و پیشاپیش از تمامی کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود، ما را در بهبود کیفیت این مجموعه یاری خواهند نمود؛ صمیمانه سپاسگزاریم.

دکتر جعفر جندقی

رئیس مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت

مقدمه مترجمان

تغییر در شیوه زندگی، نیاز به محصولات جدید و استفاده از تکنولوژی‌های نو، سبب گردیده؛ که فهرست مواد شیمیایی مورد مصرف در صنعت روز به روز فزونی یابد. علیرغم پیشرفت‌های علمی بشر در مورد شناخت و آگاهی از اثرات سوء مواد شیمیایی، در بسیاری از موارد، دانش انسانی در مورد آن‌ها محدود می‌باشد. از این رو لازم است نسبت به پایش مواجهه شاغلین و ثبت آنها اقدام گردد، تا بتوان در مقاطع زمانی مختلف همزمان با پایش‌های بیولوژیکی، داده‌ها و اطلاعات جمع‌آوری شده را به کمک متخصصین اپیدمیولوژی شغلی مورد تجزیه و تحلیل قرار داد. این داده‌ها همچنین می‌توانند ما را در بازنگری صحیح حدود مجاز مواجهه شغلی در آینده یاری نمایند. به منظور دستیابی به این هدف، همسان‌سازی روش‌های سنجش در سطح کشور، یک ضرورت دانسته می‌شود؛ تا بتوان با اطمینان نسبت به تحلیل نتایج سنجش و ارتباط آن با پایش‌های بیولوژیکی و اثرات زیان‌آور مواد شیمیایی در بین شاغلین اقدام نمود.

این راهنما شامل هشت جلد می‌باشد که روش‌های نمونه‌برداری، آماده‌سازی و تجزیه نمونه‌های هوا، برای تعداد قابل توجهی از ترکیبات شیمیایی در آن‌ها ارائه شده است. در ابتدای هر جلد از کتاب، سرفصل کلی تمامی جلدها آورده شده است؛ تا کاربران بتوانند با مراجعه به هر جلد، روش مورد نظر خود را پیدا کرده و به آن استفاده نمایند. همچنین واژه‌نامه‌ای در انتهای تمامی جلدها تهیه شده است؛ که به ارائه اطلاعات درباره واژه‌ها، عبارات و اصطلاحات ارائه شده در این راهنما می‌پردازد. امید است بتوان در آینده، نسبت به تکمیل این راهنما و ارائه روش‌های معتبر در نمونه‌برداری و سنجش برای سایر ترکیبات شیمیایی و نیز بازنگری این مجموعه اقدام گردد.

سرفصل‌ها

جلد اول	جلد دوم
- مقدمه - هدف و دامنه - نحوه استفاده از راهنمای روش‌های نمونه‌برداری و آنالیز NIOSH - توسعه و ارزیابی روش‌ها - عدم قطعیت اندازه‌گیری و محدوده دقت روش NIOSH - ملاحظات کلی برای نمونه‌برداری از آلاینده‌های موجود در هوا - فاکتورهای موثر بر نمونه‌برداری آئروسول‌ها - نمونه‌برداری و خصوصیات بیوآئروسول‌ها	- اندازه منافذ فیلتر و جمع‌آوری نمونه آئروسول - سنجش الیاف - نمونه‌برداری از فلزات و آنالیز ترکیبات محلول فلزی - پایش دود ناشی از گازوئیل در محیط‌های کار - آنالیز نانولوله‌های کربنی و نانوالیاف موجود بر روی فیلترهای استرسولوزی مخلوط با میکروسکوپ الکترونی انتقالی - واژه نامه اختصارات، تعاریف و نمادها
جلد سوم (روش‌ها)	جلد چهارم (روش‌ها)
- ذراتی که در جای دیگر طبقه‌بندی نشده‌اند/ذرات کل - وینیل استات - ترکیبات نیتروآروماتیک - اسید کلرواستیک - p-کلروفنول - فرمالدهید - کتون - آنیسیدین - متیل بروماید - گلوآل‌آلدهید - والرال‌آلدهید	- گازهای آلی و معدنی با طیف سنجی FTIR - ترکیبات آلی فرار از، C1-C10/ روش کانیستر - هیدروکینون - تیرام - روتنون - پیرتروم - بنزویل پروکساید - استریکنین - آرسنیک آلی - p- نیتروآنلین - ذرات دیزل (به عنوان کربن عنصری) - کربن سیاه - ترکیبات آلی قلع - بنزیدین و ۳،۳- دی متیل بنزیدین - سیالات فلزکاری (MWF)
جلد پنجم (روش‌ها)	
- کلریدهای متیل قلع - آفت‌کش‌های ارگانوفسفره - آفت‌کش‌های آلی نیتروژن - فرمالدئید روی گرد و غبار (چوب یا پارچه) - آرسین - فسفین - هیدروژن سیانید	- سولفوریل فلوراید - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - آمونیاک - سرب - مونوکسید کربن - عناصر با استفاده از ICP (هضم با مایکروویو) - عناصر با نمونه‌بردار کپسول داخلی سلولزی - آزیست و سایر الیاف با PCM

جلد هفتم (روش‌ها)

- S- بنزیل مرکپتوریک اسید و S-فنیل مرکپتوریک اسید در ادرار
- ۳- بروموپروپیونیک اسید در ادرار
- تری کلرواستیک اسید در ادرار
- آزیست (کریزوتایل)
- متامفتامین و مواد مخدر غیرقانونی، پیش سازها
- متامفتامین و داروهای غیرمجاز
- بریلیم در سطح (به روش فلورومتري)
- متامفتامین روی سطوح با روش کروماتوگرافی مایع/طیف سنجی جرمی

جلد ششم (روش‌ها)

- اکسید روی
- کروم شش ظرفیتی
- کروم شش ظرفیتی
- سیلیس کریستالی قابل استنشاق، توسط دستگاه مادون قرمز
- کوارتز در گرد و غبار معدن ذغال سنگ قابل تنفس، توسط IR
- کروم شش ظرفیتی بوسیله یون کروماتوگرافی
- سرب
- کروم شش ظرفیتی توسط اسپکتروفتومتري قابل حمل میدانی
- بریلیم در هوا به وسیله فلورومتري
- ذرات فلوراید و اسید هیدروفلوریک
- اسیدهای فرار با کروماتوگرافی یونی
- اسیدهای غیر فرار (اسید سولفوریک و اسید فسفریک)
- تولوئن در خون
- عناصر در بافت
- فلوراید در ادرار
- ۲و۵ هگزاندیون در ادرار
- استن و متیل اتیل کتون در ادرار
- تری کلرید بوتیلتن در ادرار
- O- کرزول در ادرار

جلد هشتم (روش‌ها)

- | | |
|--|-------------------------|
| - ان بوتیل گلیسیدیل | - ۱ و ۲- بروموپروپان |
| - ترکیبات نیتروآروماتیک | - ۱،۱،۲،۲-تترابرومواتان |
| - پارا-کلروبنزوتری فلورید | - ۱،۱،۲،۲-تتراکلرواتان |
| - پروپیلن اکسید | - اسید استیک |
| - پیریدین | - استونیتریل |
| - ترپن‌ها | - اکریلونیتریل |
| - تتراهیدروفوران | - الکل ترکیب شده |
| - ترپانتین | - الکل‌های نوع اول |
| - ئیدروکربن‌های هالوژنه | - الکل نوع دوم |
| - هیدروکربن‌های آروماتیک | - الکل نوع سوم |
| - ۱، ۱-دی‌کلرو-۱-نیترواتان | - الکل نوع چهارم |
| - هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتیگراد | - آلایل کلرید |
| - آلومینیوم و ترکیبات آن | - آمین‌های آروماتیک |
| - استیک انیدرید | - ترکیبات اتانول آمین |
| - آمونیاک | - بتا-کلرو پرین |
| - کروم شش ظرفیتی | - دی‌کلرودی فلوئورومتان |
| - سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفوتومتری | - تری فلوئوروبرومومتان |
| - کروم شش ظرفیتی با اسپکتروفوتومتری قابل حمل | - استرها ی نوع اول |
| - متانول | - هیدروکربن‌ها |
| - متیلن کلراید | - کتون‌های نوع اول |
| | - کتون‌های نوع دوم |
| | - متیل سلوسولو استات |
| | - نفتا |

فهرست مطالب

۱ و ۲- بروموپروپان	۱۳
۲،۲،۱،۱- تترا برومواتان	۱۶
۲،۲،۱،۱- تترا کلرواتان	۲۰
اسید استیک	۲۳
استونیتریل	۲۷
اکریلونیتریل	۳۱
الکل ترکیب شده	۳۵
الکلهای نوع اول	۴۰
الکل نوع دوم	۴۴
الکل نوع سوم	۴۸
الکل نوع چهارم	۵۲
آلیل کلرید	۵۶
آمینهای آروماتیک	۵۹
ترکیبات اتانول آمین	۶۶
بتا- کلروپیرین	۷۱
دی کلرودی فلوئورومتان	۷۵
تری فلوئورو برومومتان	۷۹
استرهای نوع ۱	۸۳
هیدروکربنها	۸۹
کتونهای نوع ۱	۹۶
جدول ۱- اطلاعات عمومی	۱۰۰
کتون نوع ۲	۱۰۱
متیل سلوسولو استات	۱۰۶
نفثا	۱۱۰
جدول ۱- اطلاعات عمومی	۱۱۴
ان بوتیل گلیسیدیل	۱۱۵
ترکیبات نیترو آروماتیک	۱۱۹
پارا- کلرو بنزوتری فلورید	۱۲۴
پروپیلن اکسید	۱۲۷

۱۳۱.....	پیریدین
۱۳۵.....	ترین‌ها
۱۳۹.....	تتراهیدروفوران
Error! Bookmark not defined.	تربانتین
۱۴۷.....	هیدروکربن‌های هالوژنه
۱۵۴.....	هیدروکربن‌های آروماتیک
۱۶۰.....	۱-۱- دیکلو-۱-نیترواتان
۱۶۴.....	هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتیگراد
۱۷۲.....	آلومینیوم و ترکیبات آن
۱۷۶.....	استیک انیدرید
۱۷۹.....	آمونیاک
۱۸۳.....	کروم شش ظرفیتی
۴۷۲.....	سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفتومتری
۴۷۶.....	کروم شش ظرفیتی با اسپکتروفتومتری قابل حمل - میدانی
۴۸۳.....	متانول
۴۶۷.....	متیلن کلراید

	شماره روش: ۲۵۵۲ تاریخ انتشار: ۱۵ مارس ۲۰۰۳	۱ و ۲- بروموپروپان 1, 2-BROMOPROPANE
CAS: 106-94-5	RTECS:TX410000	فرمول شیمیایی: CH ₃ CH ₂ CH ₂ Br
وزن مولکولی: ۱۲۳		
اسامی مترادف: ۱- بروموپروپان، برومید پروپیل، ۲- بروموپروپان- ایزوپروپیل برومید ویژگی‌ها: مایع؛ دانسیته ۱/۳۵۴ g/mL در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۷۱ °C، نقطه ذوب ۱۱۰- °C، نقطه اشتعال ۲۵ °C مایع؛ دانسیته ۱/۳۱۰ g/mL در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۵۹ °C، نقطه ذوب ۸۹- °C، نقطه اشتعال ۱۹ °C نوع ارزیابی: کامل		
حدود مجاز		
- OSHA		
- NIOSH		
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ۱- بروموپروپان و ۲- بروموپروپان محلول باز جذب: ۱ میلی لیتر دی سولفیدکربن که به مدت ۳۰ دقیقه تکان داده شده باشد. حجم تزریق: ۱ μL دما تزریق: ۲۰۰ °C آشکار ساز: ۲۵۰ °C ستون: ۳۵ °C درجه (۳ دقیقه) تا ۱۵۰ °C (۱ °C/min) گاز حامل: هلیوم ستون: انباشته با سیلیس- ۳۰ متر در ۰/۳۲ میلی متر، با فیلم ۰/۲۵ μm ۱/۸ از فنیل یا متیل پلی سیلوکسان، Rtx-502.2 یا معادل آن کالیبراسیون: محلول‌های آنالیت در دی سولفیدکربن محدوده تشخیص: ۱ میکروگرم در نمونه برای ۱- بروموپروپان و ۲- بروموپروپان بروموپروپان دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۱۵ برای ۱- برومو پروپان و ۰/۰۲۲ برای ۲- بروموپروپان بروموپروپان	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد (100 mg/50 mg) نمونه بردار جایگزین: (Anasorb CMS, 150 mg/75 mg) دبی: ۰/۲ تا ۰/۱ حداقل حجم: ۰/۱ لیتر حداکثر حجم: ۱۲ لیتر حمل و نقل: معمولی پایداری نمونه: ۳۰ روز در ۵ °C نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه	صحت
دی سولفیدکربن ماده سمی، قابل اشتعال و قابل انفجار (نقطه اشتعال -30°C) می‌باشد. کار با دی سولفید کربن فقط زیر هود با تهویه مناسب باید انجام شود.	محدوده مطالعه: تعیین نشده تورش: تعیین نشده دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): تعیین نشده صحت: تعیین نشده
کاربرد این روش می‌تواند در هر فرآیندی که در آن برموپروپان فرار استفاده شده است، بکار رود. این روش در صنایعی که در آن ۱-بروموپروپان به عنوان چسب در ساخت نوارهای فوم استفاده می‌شد، مورد آزمایش قرار گرفت.	
مداخله‌گرها هر ترکیبی با زمان نگهداری مشابه	
روش‌های دیگر	
تجهیزات - نمونه‌بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی که حاوی دو بخش جاذب یا معادل آن، که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. - نمونه‌بردار جایگزین؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی که حاوی دو بخش جاذب یا معادل آن بوده که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. - پمپ نمونه‌بردار فردی با دبی 0.2 تا 0.1 L/min همراه با لوله‌های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی - دستگاه تقطیر میکرو جهت تقطیر خلاء از کلروپرن - ویال‌های شیشه‌ای، اتو سمپلر ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ‌های ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری - پیپت‌های ۳ و ۵ میلی لیتری - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی ۱- برموپروپان ۲- برموپروپان دی سولفیدکربن هلیوم تصفیه و فیلتر شده هیدروژن تصفیه و فیلتر شده هوای فیلتر شده، فشرده و تصفیه شده محلول استوک کالیبرا سیون: مقدار مشخصی از آنالیت را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری به دی سولفیدکربن اضافه کرده و به حجم برسانید. *به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری، دو طرف نمونه بردار را شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی ذکر شده، برای عبور حجم هوای ۱۲ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال، بطور مطمئن بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۱ mL از دی سولفید کربن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

روزانه با حداقل ۱۶ استاندارد کاربردی کالیبراسیون را انجام دهید. در صورت نیاز جهت رسم منحنی کالیبراسیون محلول های استاندارد بیشتری تهیه نمایید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ریخته با دی سولفید کربن به حجم برسانید. محلول های استاندارد تهیه شده و نمونه های شاهد را با هم آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آنالیت). راندمان جداسازی (DE) را حداقل برای مقادیر آنالزب CSC و CMS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۵ تا ۲۵ میکرولیتر) از محلول استوک را مستقیماً به لوله ها تزریق کنید. اجازه دهید لوله ها به مدت چند دقیقه با هوا به تعادل برسند، سپس انتهای هر لوله را ببندید و اجازه دهید تا یک شب بمانند. محلول های فوق را جدا سازی کرده (مراحل آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری راندمان جذب را ترسیم کنید. حداقل سه شاهد و سه نمونه اسپایک را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز نماید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا، تنظیم کرده و سپس ۱ 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی باشد، با دی سولفید کربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز نمایید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه نمایید.

محاسبات

جرم آنالیت (بر حسب μg) (تصحیح شده برای راندمان جذب) در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد، احتمال نشت و ترک آلاینده وجود دارد.

از فرمول زیر، مقدار غلظت بر حسب C (mg/m^3) را بر اساس میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر V بدست آورید.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V} \text{ mg}/\text{m}^3$$

منابع:

1- Pendergrass, SM [1998]. 1- & 2-Bromopropane Backup Data Report for method development, National Institute for Occupational Safety and Health, Cincinnati, OH. Unpublished report.

	شماره روش: ۲۰۰۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۵ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴ ۱،۱،۲،۲ تترابرومواتان 1-1-2-2-Tetrabromoethane	
CAS: ۷۹ - ۲۷ - ۶ RTECS : KI8225000		فرمول شیمیایی: Br ₂ CHCHBr ₂ وزن مولکولی: ۳۴۵/۷
مترادف‌ها: استیلن تترابرومید، مایع Muthmann ، سیم-تترابرومواتان ویژگی‌ها: مایع، دانسیته ۱/۹۶۴ g/mL در ۲۰°C، نقطه جوش ۲۴۳/۵ °C، نقطه ذوب ۰ درجه سانتیگراد، فشاربخار ۱۳ kPa (۰/۱ میلیمتر جیوه در ۲۰°C) ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز		
۵۰ ppm: OSHA -NIOSH ۱ ppm :ACGIH		
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی؛ مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ۱،۱،۲،۲ تترابرومواتان حلال جداسازی: ۱ میلی لیتر تتراهیدروفوران - ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ میکرولیتر دمای تزریق: ۲۲۰ °C دمای آشکارساز: ۲۷۰ °C دمای ستون: ۱۰۵ °C گاز حامل: ازت ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه ستون: شیشه‌ای - ۰/۹ متر در ۶/۴ میلی متر حاوی مش ۸۰/۱۰۰ کالیبراسیون: ۱،۱،۲،۲ تترابرومواتان در تتراهیدروفوران حد تشخیص: ۰/۰۸ میلی گرم در هر نمونه گستره سنجش: ۰/۷ تا ۴ میلی گرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۴۱	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، سیلیکاژل ۱۵۰/۷۵ mg دبی: ۰/۲ تا ۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۵۰ لیتر در ۱ ppm حداکثر حجم نمونه برداری: ۱۰۰ لیتر حمل و نقل: معمولی ماندگاری نمونه: تعیین نگردیده است. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه THF پتانسیل خطر جدی برای آتش سوزی {نقطه اشتعال (محیط باز) = ۱۵} دارد. پراکسیدهای قابل انفجار می‌توانند در طول قرار گرفتن در معرض هوا، در غیاب مهار کننده تشکیل شوند. بخار THF باعث تحریک چشم و دستگاه تنفسی می‌شود و باعث سردرد، سرگیجه و نارسایی می‌گردد. مایع THF می‌تواند پوست را تحریک کند. اگر THF تقطیر شود، در حضور سولفات آهن یا سایر عوامل کاهش دهنده، به مایع تبدیل می‌شود. THF را درون شیشه‌ای تیره یا ظرف فلزی ذخیره کنید. تترابرومواتان یک ماده سمی، مخدر و تحریک کننده پوست و چشم می‌باشد. n-Hexane دارای خطر جدی برای آتش سوزی می‌باشد {نقطه اشتعال (محیط بسته) = ۳۰} استنشاق بخارات n-hexane می‌تواند دستگاه تنفس فوقانی را تحریک کرده و موجب افت عملکرد سیستم عصبی مرکزی شود. n-hexane مایع می‌تواند باعث درماتیت و تحریک چشم‌ها گردد. زیر یک هود با مکش مناسب کار نمایید، از دستکش استفاده کرده، از استنشاق بخارات و تماس حلال‌ها با شعله و جرقه اجتناب نمایید.	صحت محدوده مطالعه: $6/5 \text{ mg/m}^3$ تا ۲۳ در نمونه‌های ۹۸ لیتری تورش: ۹/۲٪ دقت کلی: $\overline{S_{IT}}: ۰/۰۹۶$ صحت: $\pm ۲۳/۶\%$
کاربرد محدوده کاری ppm ۵/۰ تا ۲/۸ (۷ تا ۴۰ میلی گرم در مترمکعب) برای یک نمونه هوا ۱۰۰ لیتری مناسب است. رطوبت بالا در هنگام نمونه برداری موجب ترک آلاینده خواهد شد.	
مداخله‌گرها هیچی شناسایی نشده است.	
روش‌های دیگر این روش اصلاح شده روش S۱۱۷ است.	
تجهیزات - نمونه بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت عقبی: ۷۵ mg) با مش ۲۰/۴۰ که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان	مواد شیمیایی مصرفی - تتراهیدروفوران؛ بدون پراکسیدها - ۲،۲،۱،۱-تترابرومواتان؛ با خلوص بیش از ۹۸٪ - هگزان - محلول استاندارد مادر، ۸۹ میلی گرم بر میلی لیتر. ۰/۸۹ گرم (۳۰۰ میکرولیتر در دمای ۲۰ درجه سانتیگراد) ۲،۲،۱،۱-تترابرومواتان در داخل ۱۰ میلی لیتر تتراهیدروفوران بریزید.

- محلول استاندارد مادر $237 \mu\text{g}/\mu\text{L}$ برای تعیین راندمان بازجذب. $2/37$ گرم (800 میلی لیتر در 20°C) $2,2,1,1$-تترابروموتان را در 10 میلی لیتر هگزان حل کنید. - نیتروژن، خالص - هیدروژن، خالص - هوا، تصفیه شده *به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.	نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی $1 \text{ L}/\text{min}$ باید از $3/4 \text{ kPa}$ کمتر باشد. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2 \text{ L}/\text{min}$ - 1، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکار ساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون - ویال های شیشه ای 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های 500 میکرولیتری با درجه بندی 10 میکرولیتری - سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی $0/1$ میکرولیتری - لوله U شکل در ابعاد 25 سانتیمتر با قطر داخلی 15 میلیمتر و دارای شیر - بالن ژوژه 10 میلی لیتری - پیپت 1 میلی لیتری دارای حباب - حمام (آزمایشگاهی) با دمای 75°C
---	--

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری، دوطرف نمونه بردار را شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0/2 \text{ L}/\text{min}$ تا 1 برای عبور حجم هوای 50 - 100 لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال مطمئن بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. 1 mL THF را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت 30 دقیقه به حال خود رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی $0/1$ تا 4 میلی گرم $2,2,1,1$ -تترابروموتان را در هر نمونه پوشش دهند، کالیبره کنید. استانداردهای کاری باید تازه و روزانه آماده شود. مقدار مشخصی محلول استاندارد مادر را به $2,2,1,1$ -تترابروموتان در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری ریخته و به حجم برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم $2,2,1,1$ -تترابروموتان). راندمان بازجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. مقداری از محلول DE درون لوله U شکل که بخشی از آن در حمام آب گرم با دمای حدود 75 درجه سانتی گراد غوطه ور است، بریزید و هوا را از طریق لوله U شکل واسط، به نمونه های شاهد با دبی $0/2$ تا 1 لیتر در دقیقه تخلیه کنید.

نکته: اگر چه مقادیر راندمان بازجذب برای روش اصلی براساس نمونه های اسپایک مایع می باشد، راندمان بازجذب برای نمونه های اسپایک بخار باید تعیین گردد.

محلول های فوق را بازجذب کرده و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید.

نکته: اگر ترک آلاینده با اسپایک های بخار اتفاق می افتد، با اسپایک های مایع راندمان بازجذب را تعیین نمایید.

نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان استخراج شده ترسیم کنید. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط اعلام شده، 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با THF رقیق کرده و مجدداً آنالیز نمایید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان بازجذب) ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و ترک آلاینده اتفاق افتاده است.

محاسبه غلظت (C) ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر را از فرمول زیر انجام دهید:

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش ۱۱۷S با هوای کنترل شده ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان مورد بررسی قرار گرفت. دقت کلی (S/T) برای نمونه‌های ۹۸ لیتری دارای ۶/۵ تا ۲۳ میلی گرم بر مترمکعب برابر ۰/۰۹۶ بود. غلظت‌های موجود در این روش ۶/۵، ۱۴ و ۲۳ میلی گرم بر مترمکعب به ترتیب ۷، ۴ و ۱۷٪ کمتر از غلظت‌های متناظر بر اساس نسبت تحویل پمپ سرنگی و نسبت‌های محلول هوا در سیستم تولید بود. این اختلافات به مشکلات در تولید هوا نسبت داده می‌شود. ترک آلاینده در بخش جلویی در طی عبور ۲۲۰ لیتر هوای محتوای ۲۳ میلی گرم بر مترمکعب بادبی ۰/۹ مشاهده نگردید. ترک آلاینده در رطوبت نسبی بالا سنجش نشده است. بخشی از سیلیکاژل با محلول‌های ۱،۱،۲،۲-تترابرومواتان در هگزان غنی شد. میانگین مقادیر راندمان بازجذب پس از استفاده از مقادیر ۰/۷، ۱/۴ و ۲/۸ میلی گرم ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان در هگزان به ترتیب ۰/۷۹، ۰/۹۲، ۰/۹۸ بود. مطالعه ثبات ذخیره‌سازی برای ۲،۲،۱،۱ تترابرومواتان بر روی سیلیکاژل انجام نشده است. پراکسیدهای موجود در تتراهیدروفوران می‌تواند سریعاً باعث از بین رفتن محلول مادر استاندارد ۱،۱،۲،۲-تترابرومواتان شود؛ در نتیجه، استانداردها باید روزانه آماده می‌شوند.

منابع:

- 1-Documentation of the NIOSH Validation Tests, S117, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.
- 2- NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S117, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- 3-NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, Acetylene Tetrabromide, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.
- 4-Tucker, S. P., and G. J. Deye. Anal. Lett., 14 (A12), 959-976 (1981).

	شماره روش: ۲۵۶۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۹ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴ ۱،۲،۱،۲-تتراکلرواتان 1-1-2-2 TETRACHLOROETHAN	
CAS: ۷۹-۳۴-۵	RTECS: KI8575000	فرمول شیمیایی: Cl ₂ CHCHCl ₂ وزن مولکولی: ۱۶۷/۸۵
مترادف‌ها: تتراکلریداستیلن، بونوفر، ۱-۱ دی کلرو-۲-۲ دی کلرواتان ویژگی‌ها: مایع؛ دانسیته ۱/۵۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C، نقطه جوش ۱۴۶/۵ °C، نقطه ذوب ۴۴ °C-، فشار بخار ۰/۸ Kpa، غیرقابل اشتعال ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: ۵ ppm (پوست) NIOSH: ۱ ppm - سرطانزا - گروه ۱ آفت کش‌ها ACGIH: ۱ ppm (پوست)		
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکارساز FID ترکیبات آنالیت: ۱-۱-۲-۲-تتراکلرواتان محلول بازجذب: ۱ mL دی سولفید کربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ µL دمای تزریق: ۱۷۵ °C دمای آشکارساز: ۲۳۰ °C دمای ستون: ۱۶۰ °C گاز حامل: نیتروژن؛ ۲۵ mL/min ستون: موئین استیل 3m × 3 mm OD پر شده با ۱۰٪ FFAP بر روی کروموزورب WHP با مش ۸۰/۱۰۰ کالیبراسیون: محلول استاندارد آنالیت در دی سولفید کربن گستره سنجش: ۰/۱ تا ۱ میلی گرم در نمونه حد تشخیص: ۰/۱ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۱۶ در ۰/۱۶ تا ۰/۶۴ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد (پترولیوم، ۵۰/۱۰۰ mg) دبی: ۰/۲ تا ۰/۱ L/min حداقل حجم نمونه برداری: ۳ لیتر حداکثر حجم نمونه برداری: ۳۰ لیتر حمل و نقل: عادی و معمولی ماندگاری نمونه: تعیین نشده نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	
احتیاط‌های ویژه ۱-۱-۲-۲-تتراکلرواتان ماده‌ای شدیداً مخدر، سمی برای کبد، مشکوک به سرطانزایی بوده و از پوست جذب می‌گردد. کربن دی سولفید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار است (نقطه اشتعال ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.	صحت محدوده مطالعه: ۱۸ mg/m³ تا ۷۴ (۱۰ لیتر - نمونه) تورش: ۶/۶٪ دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): ۰/۰۵۷ صحت: ۱۶/۷٪ ±	

کاربرد

محدوده کاربرد ppm ۱/۵ تا ۱۵ (۱۰ تا ۱۰۰ میلیگرم در مترمکعب) برای هر ۱۰ لیتر نمونه هوا مناسب می باشد. با تغییر در شرایط، ممکن است ستون های موینه با ستون های انباشته جایگزین شوند.

مداخله گر ها

شناسایی نشده است.

روش های دیگر

این روش اصلاح شده روش ۱۲۴S می باشد.

تجهیزات

- نمونه بردار؛ لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) با مش ۲۰/۴۰ که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa کمتر باشد. لوله ها در بازار بطور تجاری موجود می باشند.

- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکار ساز شعله ای-یونی، مجهز به ثبت کننده نمودار، و ستون

- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

- پیپت ۱ میلی لیتری

مواد شیمیایی مصرفی

- دی سولفید کربن
- ۱-۲-۲-تتراکلرواتان
- محلول استوک ۵۰ mg/mL
- ۰/۵ گرم ۱-۲-۲-تتراکلرواتان در نیتروژن
- هیدروژن تصفیه شده
- هوای فشرده و فیلتر شده

*به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.

آماده سازی کپسول های داخلی قبل از نمونه برداری

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۳ تا ۳۰ لیتر انجام دهید. درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را برای انتقال، بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۱ mL از دی سولفید کربن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه به حال خود رها کرده و گهگاهی آن ها را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره و کار کنید. مقدار مشخصی از ۱-۱-۲-۲-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱ میلی لیتری با دی سولفید کربن ریخته به حجم برسانید. از غلظت‌های متوالی که محتوای $1 - 10 \text{ mg/mL}$ از ۱-۱-۲-۲-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱ تتراکلرواتان می‌باشد، استفاده نمایید. محلول‌های استاندارد تهیه شده و نمونه‌های شاهد را با هم آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم ۱-۱-۲-۲-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱ تتراکلرومتان). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه‌برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه‌بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲۰ تا ۲۰۰ میکرولیتر) از محلول ۱-۱-۲-۲-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱ تتراکلرومتان را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله جاذب تزریق کنید. درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول‌های فوق را جداسازی کرده و به همراه محلول‌های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۱-۱-۲-۲-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱-۱ تتراکلرومتان بازجذب شده را ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه‌بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفیدکربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

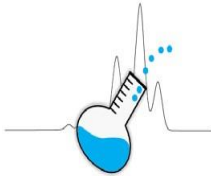
جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد. غلظت بر حسب $C \text{ (mg/m}^3\text{)}$ دی‌فلورو دی‌برومتان، در حجم هوای نمونه‌برداری شده بر حسب لیتر ($V \text{ (L)}$) به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

منابع:

- 1- Boss e RA , Pendergras s SM [2001]. 1,1,2,2-Tetrachloroethane Ba ckup Data R eport, Novem ber.
- 2- NIOSH [1994]. 1,1,2,2 Tetrachloroethane: Method 1019. In Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Departmen t of H ealth and H um an Servic es, Public Health Service, Centers for D isease C ontro l and P revention, N ationa l Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- 3- NIOSH [1976]. NIOSH criteria for a recomm ended standard: occupational exposure to 1,1,2,2 tetrachloroethane. Cin cinnati, OH : U.S. Departm ent of He alth, Ed uca tion an d W elfare , Pub lic Health Services and Mental Health Adm inistration , National Ins titute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-1216), available as PB 273-802 from NT IS, Springfield, VA 22161.
- 4- NIOSH/OSHA Occupation Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department fo Health an Hum an Services, Publ. (NIOS H) 81-12 3 (1981), available as Stock #PB83-154609 from NT IS, Springfield, VA 22161.
- 5- NIOSH Ma nua l of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S124, U.S. Department of Health, Education, and W elfare, Publ. (NIOSH) 77 -157-B (197 7).

	روش: ۱۶۰۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۹ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴ اسید استیک Acetic acid	
CAS: ۷-۱۹-۶۴	RTECS: AF1225000	فرمول شیمیایی: CH ₃ COOH وزن مولکولی: ۶۰/۰۵
متراادف‌ها: گلیکال استیک اسید، متان کربوکسیلیک اسید، اتنوئیک اسید ویژگی‌ها: مایع، دانسیته g/mL ۱/۰۴۹ در ۲۵°C، نقطه جوش ۱۱۸°C، نقطه ذوب ۱۷°C، فشاربخار kPa ۱/۵ در ۲۰°C، گستره انفجار ۵/۴ تا ۱۶٪ درصد حجمی هوا ارزیابی: کامل		
حدود مجاز ۱۰ ppm: OSHA ۱۰ ppm: NIOSH (کوتاه مدت ۱۵ دقیقه‌ای) ۱۰ ppm: ACGIH (کوتاه مدت ۱۵ دقیقه‌ای)		
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: اسید استیک حلال جداسازی: ۱ mL اسید فرمیک، با زمان ماند ۶۰ دقیقه‌ای حجم تزریق: ۵ µL دمای تزریق: ۲۳۰°C دمای آشکارساز: ۲۳۰°C دمای ستون: ۱۳۰°C تا ۱۸۰°C با نسبت (۱۰ °C/min) گاز حامل: هلیوم و ازت (۶۰ mL/min) ستون: شیشه‌ای به ابعاد 1 m × 4mm Carbopack B ۸۰/۶۰-3% Carbowax 20M/0.5% H₃PO₄ کالیبراسیون: محلول‌های استاندارد اسید استیک در ۸۸ تا ۹۵٪ اسید فرمیک حد تشخیص: ۰/۰۱ میلی گرم در هر نمونه گستره سنجش: ۰/۵ تا ۱۰ میلی گرم در هر نمونه دقت ($\overline{S}_r$): ۰/۰۰۷ در ۰/۳ تا ۵ میلی گرم در هر نمونه	نمونه‌برداری نمونه‌برداری: لوله جاذب جامد؛ زغال فعال حاوی پوست نارگیل دبی: ۱-۰/۰۱ L/min حداقل حجم نمونه‌برداری: ۲ لیتر برای ۱۰ ppm حداکثر حجم نمونه‌برداری: ۳۰۰ لیتر حمل و نقل: معمول پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در ۲۵°C نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه احتیاط‌های ویژه برای تماس پوستی با اسیدفرمیک و اسیداستیک انجام شود. تماس با این اسیدها منجر به سوختگی‌های شدید پوستی خواهند شد.	صحت
کاربرد محدوده کاری ppm ۲ تا ۴۰ (۵ تا ۱۰۰ میلی گرم بر مترمکعب) برای یک نمونه هوای ۱۰۰ لیتری مناسب است. رطوبت بالا (۹۰٪) در طی نمونه‌برداری منجر به نفوذ و ترک آلاینده در ۳۹ میلی گرم/ مترمکعب، برای ۴/۶ ساعت نگردیده است.	
مداخله‌گرها اسید فرمیک حاوی مقدار کمی اسیداستیک است که منجر به مداخله در طی آنالیز می‌شود. بنابراین برای رسیدن به حد قابل قبول تشخیص، باید اسید فرمیک با خلوص بالا استفاده شود.	
روش‌های دیگر این روش اصلاح شده روش S۱۶۹ است.	
تجهیزات - نمونه‌بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ میلی گرمی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل بوده که در دمای ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) تولید شده و توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم پلی‌اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی لوله قرار گرفته است. - پمپ نمونه‌بردار فردی (با دبی L/min ۱ - ۰/۱) به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف - دستگاه گازکروماتوگراف؛ مجهز به آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون - ویال شیشه‌ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری با اندازه‌های مناسب برای تهیه استانداردها، دارای درجه‌بندی ۰/۱ میکرولیتر - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • اسید فرمیک؛ محلول ۸۸٪ تا ۹۵٪، با خلوص بالا (در صد اسید استیک کمتر از ۰/۲). • نکته: مقدار استیک اسید در اسید فرمیک متفاوت می باشد، لذا قبل از استفاده هر کدام را تست نمایید. • اسید گلیکال استیک با خلوص مناسب برای آزمایش • اسید پروپونیک با خلوص مناسب برای آزمایش • حلال؛ اسید فرمیک ۸۸ تا ۹۵٪ با ۰/۱ درصد حجمی-حجمی اسید پروپونیک یا سایر استانداردهای داخلی مناسب • نیتروژن تصفیه شده • هیدروژن تصفیه شده • هوای تصفیه شده *به اقدامات احتیاطی ویژه مراجعه کنید.
آماده سازی کپسول‌های داخلی قبل از نمونه‌برداری	
نمونه‌برداری پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را شکسته و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص بین	

۰/۰۱-۱ L/min برای عبور حجم هوای ۲۰ تا ۳۰۰ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال-های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۶۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۱۰۰ میلی گرم اسید استیک در هر نمونه را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از اسید استیک را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری اضافه کرده و با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک آنالیت و مساحت پیک استاندارد در برابر میلی گرم اسید استیک). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله جاذب مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید.

بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بباندازید. مقدار مشخصی از اسید استیک را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول های فوق را جداسازی کرده و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم اسیداستیک بازیافت شده را ترسیم کنید. سه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب، آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم نمایید و سپس مقداری از اسید استیک را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید. سطح پیک آنالیت را بر سطح پیک استاندارد داخلی بر روی همان کروماتوگراف تقسیم کنید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

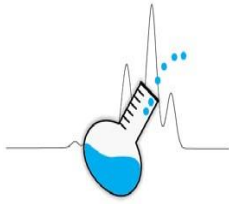
غلظت بر حسب C (mg/m^3)، دی فلورو دی برمومتان، در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر V (L) به صورت زیر محاسبه می شود؛

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S۱۶۹ در تاریخ ۱۳ مه ۱۹۷۷ صادر شد و در محدوده ۱۲/۵ تا ۵۰ میلی گرم در دمای ۲۲ درجه سانتیگراد و ۷۶۷ میلی متر جیوه با استفاده از نمونه ۱۷۳ لیتری تایید گردید. دقت کلی، ۰/۰۵۸ با راندمان بازیافت متوسط ۱۰۴/۵٪ بود که نشانگر یک تورش غیر قابل توجه است. غلظت اسید استیک به طور جداگانه توسط آنالیزور هیدروژن کل تأیید شد. راندمان بازجذب ۰/۹۶٪ در ۲/۱ تا ۴/۸ میلی گرم در هر نمونه بود. در این شرایط ترک آلاینده (۵٪ در بخش عقبی) هرگز اتفاق نیفتاد. زمانیکه ۴/۴ میلی گرم اسید استیک برای نمونه ی ۲۶۹ لیتری در رطوبت ۹۰٪ جمع آوری شد، نمونه برداری بعد از ۴/۶ ساعت قطع گردید. یک بررسی از حد تشخیص تخمین زده شده مقدار ۰/۰۱ میلی گرم در هر نمونه و راندمان بازجذب ۰/۰۱ در محدوده ۰/۳ تا ۵ میلی گرم در هر نمونه را تخمین زده است.

- [1] Backup Data Report for Acetic Acid, prepared under NIOSH Contract No. 210-76-0123, available as "Ten NIOSH Analytical Methods," Order No. PB 275-834 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4213-K (unpublished, January 31, 1984).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 4, S169, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175 (1978).
- [4] NIOSH Research Report-Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133 (1980).

	استونیتریل Acetonitrile	شماره روش: ۱۶۰۶ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۸
CAS: ۷۵-۰۵-۸	RTECS: AL7700000	فرمول شیمیایی: CH ₃ CN وزن مولکولی: ۴۱/۶
مترادف‌ها: متیل سیانید، سیانومتان، CAN خواص: مایع، دانسیته ۰/۷۸۳ g/mL در دمای ۲۰°C، نقطه جوش ۸۲°C، فشاربخار ۱۲ kPa، دامنه انفجار ۴/۴ تا ۱۶٪ درصد حجمی هوا ارزیابی: کامل		
حدود مجاز ۴۰ ppm: OSHA ۲۰ ppm: NIOSH ۴۰ ppm: ACGIH (کوتاه مدت)		
روش اندازه‌گیری روش سنجش؛ دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: استونیتریل حلال جداسازی: ۰/۲ محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵، حمام اولتراسونیک به مدت ۴۵ دقیقه حجم تزریق: ۱ µL دمای تزریق: ۲۵۰°C دمای آشکارساز: ۳۰۰°C ستون: دمای ۳۵°C برای ۴ دقیقه؛ با نسبت ۱۲°C/min تا ۱۵۰°C گاز حامل: هلیوم (۲/۴ mL/min) ستون: موئینه پر شده با سیلیکا به ابعاد ۳۰متر در ۰/۳۲ میلی‌متر- 1-µm film, crossbonded PEG, Stabilwax® آن کالیبراسیون: محلول‌های استونیتریل در متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵ حد تشخیص: ۰/۸ میکروگرم در هر نمونه گستره سنجش: ۲/۶ تا ۲۰۰۰ میکروگرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۱۵	روش نمونه‌برداری نمونه‌برداری: لوله جاذب جامد، حاوی زغال فعال با پوست نارگیل (۲۰۰/۴۰۰ mg) دبی: ۰/۰۱ - ۰/۲ l/min حداقل حجم نمونه‌برداری: ۱ لیتر برای ۴۰ ppm حداکثر حجم نمونه‌برداری: ۲۵ لیتر حمل و نقل: سرد نگه داشتن، بسته بندی مطمئن جهت جابجایی ماندگاری نمونه: حداقل ۳۰ روز در ۵ درجه سانتیگراد نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه	صحت
کاربرد محدوده کاری ppm ۰/۰۰۶ تا ۷/۴ (۰/۱ تا ۱۲/۵ میلی گرم بر متر مکعب) برای یک نمونه هوا ۲۵ لیتری هوا مناسب است. لوله‌های جاذب زغال فعال بزرگ (۴۰۰ میلی گرم / ۲۰۰ میلی گرم) برای جمع آوری آنالیت لازم است. ظرفیت آنالیت در لوله‌های بزرگ زغال فعال تحت شرایط رطوبت نسبی بالا تعیین نشده است.	
مداخله‌گرها	
نمونه‌هایی حاوی بیش از ۱۵٪ متانول یا سایر الکل‌ها روش‌های دیگر این روش اصلاح شده روش NMAM ۱۶۰۶ (تاریخ ۹۴/۱۵/۸) و بر اساس روش S ۱۶۵ است. در این روش یک ستون GC موئینه، جایگزین ستون انباشته شده اصلی شده است. برای بازیافت نمونه حجم کمتری از حلال بازجذب مورد نیاز است، بهبود راندمان بازجذب (DE) و نسبت LOD / LOQ پایین‌تر است.	
تجهیزات نمونه‌برداری	مواد شیمیایی مصرفی
- نمونه بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۶ mm، که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ میلی گرم زغال فعال از جنس پوسته نارگیل است (قسمت جلویی: ۴۰۰ mg، قسمت عقبی: ۲۰۰ mg) که توسط یک لایه ۳ میلی متری از فوم پلی اورتان هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم پلی‌اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. - پمپ نمونه‌بردار فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۱ به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف، مجهز به آشکار ساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون موئینه پر شده با سیلیکا Stabilwax - ویال‌های شیشه‌ای؛ ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ ۱۰ میکرولیتر تا ۱ میلی لیتر - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری - پیپت، در اندازه‌های مختلف - کیسه‌های یخ	• استونیتریل؛ دارای خلوص ۹۹/۹٪ • متیلن کلراید؛ دارای خلوصی مناسب برای HPLC • متانول؛ دارای خلوصی مناسب برای HPLC • هلیوم؛ خالص • هیدروژن؛ خالص • هوا؛ خالص و تصفیه شده
نمونه‌برداری	
پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را شکسته و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص بین ۰/۲ L/min تا ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ میلی لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه‌بردار را گذاشته	

و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید. لوله‌ها را به همراه بسته‌های یخ (نمونه‌ها باید سرد نگه داشته شوند) به آزمایشگاه منتقل کنید.

آماده‌سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال‌های ۴ میلی‌لیتری جداگانه‌ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوای بخش جلویی لوله در ویال قرار گیرد و فوم اورتان دور انداخته شود. ۲ میلی‌لیتر محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵ را به هر دو ویال اضافه کرده و سرپوش ویال را بگذارید. ویال‌ها را به مدت ۴۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید. ۱ mL از محتوای هر کدام از ویال‌ها را در ویال‌های اتو سمپلر ریخته و تجزیه نمایید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره‌ی تراکم مورد نظر بسازید. مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر (میکروگرم ۱ ACN = ۷۸,۳ µg) را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی‌لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم استونیتریل). راندمان جدا سازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله جاذب مورد استفاده در نمونه‌برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی، سه لوله نمونه‌بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیندازید. توسط یک سرنگ میکرولیتری، مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. چند دقیقه صبر کنید تا تعادل برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. نمونه‌های اصلی و شاهد را به همراه محلول‌های استاندارد بازجذب و تجزیه کنید. نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم استونیتریل بازیافت شده ترسیم نمایید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ mL از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه‌بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه نمایید.

محاسبات

جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد. غلظت بر حسب C (mg/m^3)، دی‌فلورو دی برمومتان، در حجم هوای نمونه‌برداری شده برحسب لیتر V (L) به صورت زیر محاسبه می‌شود؛

$$C (\text{mg/m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

این روش بنا بر درخواست کاربران NMAM برای به روز رسانی و بهبود روش کروماتوگرافی گازی انجام شده‌است. پس از تعیین محلول متیلن کلراید/متانول (۸۵:۱۵) بعنوان بهترین محلول جداسازی (بهبود راندمان بازجذب DE و کاهش خطرات نسبت به بنزن) راندمان بازجذب برای استونیتریل در ۵ سطح از ۳۹ میکروگرم به ۲۷۵ میکروگرم تعیین شد. میانگین DE برای استونیتریل به ترتیب ۱/۱۰۹ تعیین شد. حد تشخیص برای هر نمونه ۰/۸ میکروگرم تعیین شد. دقت و صحت، با توجه به انحراف معیار نسبی (Sr) ۰/۱۵ تعیین گردید. ثبات ذخیره‌سازی استونیتریل در ۰/۲۵ برابر REL و ۵ برابر غلظت پس از ۳۰ روز قابل قبول و میانگین بازیافت آن ۹۸/۵٪ بود.

- [1] Pendergrass SM [1997]. Acetonitrile Backup Data Report, unpublished data, NIOSH/DPSE.
- [2] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests, S165, U.S. Department of Health, Education, and Welfare (NIOSH) Publ. No. 77-185.
- [3] NIOSH [1981]. Health Hazard Evaluation Report, HHE 81-359-1058.
- [4] NIOSH [1977]. Acetonitrile: Method S165. In: Taylor, DG, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 3, U.S. Department of Health, Education, and Welfare (NIOSH) Publication No. 77-157C.

	اکریلونیتریل Acrylonitrile		شماره روش: ۱۶۰۴ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
CAS: ۱۰۷-۱۳-۱	RTECS: AT5250000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2=\text{CHCN}$	وزن مولکولی: ۵۳/۰۶
متراصفها: ۲- پروپن نیتریل، وینیل سیانید خواص: مایع، دانسیته ۰/۰۸۶ g/mL در دمای ۲۰°C، نقطه جوش ۷۷/۲°C، نقطه ذوب ۱۷°C، فشاربخار ۱۱ kPa (۸۳ میلیمتر جیوه در ۱۱٪ درصد حجمی) در ۲۰°C، دامن انفجار ۳ تا ۱۷٪ درصد حجمی هوا ارزیابی: کامل			
حدود مجاز OSHA: ۲ ppm (برای پوست) حد سقفی برابر ۱۰ ppm NIOSH: سرطانزا، ۱ ppm در ۱۵ دقیقه، حد سقفی برابر ۱۰ ppm ACGIH: ۲ ppm برای پوست-سرطانزا			
روش اندازه گیری روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: آکریلونیتریل حلال جداسازی: ۱ mL استن ۲٪ حجمی در دی سولفید کربن، با زمان ماند ۳۰ دقیقه ای حجم تزریق: ۲ µL دما تزریق: ۲۰۰°C دمای آشکار ساز: ۲۰۰°C دمای ستون: ۸۵°C گاز حامل: هلیوم و ازت (۲۵ mL/min) ستون: استیل به ابعاد ۳ متر در ۳ میلی متر- 20% SP-1000 on 80/100 Chromosorb WHP کالیبرا سیون: محلول های استاندارد آکریل نیتریل تقطیر شده در هگزان حد تشخیص: ۱ میکرو گرم در هر نمونه گستره سنجش: ۱۵ تا ۱۰۰۰ میکرو گرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۶ در ۱۶ میکرو گرم نمونه		روش نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد؛ زغال فعال؛ پوست نارگیل حاوی ۵۰/۱۰۰ mg دبی: ۰/۰-۰/۲ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۳/۵ لیتر برای ۲ ppm حداکثر حجم نمونه برداری: ۲۰ لیتر حمل و نقل: معمول پایداری نمونه: حداقل ۷ روز در ۲۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر مجموعه	

احتیاط‌ها ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی از بابت انفجار و حریق دارد (C° -۳۰ = نقطه اشتعال)، آکریلونیتریل قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.	
کاربرد محدوده کاری ۰/۷ ppm تا ۴۶ (۱/۵ تا ۱۰۰ mg/m³) برای یک نمونه ۱۰ لیتری هوا مناسب است. این روش برای اندازه‌گیری‌های حدمجازسقفی ۱۵ دقیقه‌ای قابل استفاده است. NIOSH آکریلونیتریل را در تاسیسات تولید آکریلیک و الکتریکی نمونه‌برداری کرده است.	
مداخله‌گرها مداخله‌گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی دیگری که می‌توان استفاده کرد، ستون موئینه سیلیکای ذوب شده با ابعاد ۳۰ متری، با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر، پوشش داده شده با ۰/۵ میکرومتر DB-WAX یا ۱ میکرومتر DB-5 می باشد.	
روش‌های دیگر این روش اصلاح شده روش S156 و روش ۱۶۰۴ (تاریخ ۸/۸/۸۴) است. P202 & CAM به علت حساسیت ضعیف (۰/۱) حد تشخیص در هر نمونه) منسوخ شده است. مارانو و همکاران نشان داده اند که استفاده از یک آشکارساز نیتروژن انتخابی (NPD) حساسیت خاص آنالیز را افزایش می‌دهد.	
تجهیزات نمونه‌برداری - نمونه بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷cm، قطر خارجی ۶mm و قطر داخلی ۴mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پو سته نارگیل تولید شده در دمای C° ۶۰۰ (قسمت جلویی: ۱۰۰mg، قسمت عقبی: ۵۰mg) است که توسط یک لایه ۲ میلی‌متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید کمتر از ۳/۴ kPa باشد. - پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون - دستگاه میکرو تقطیر برای تقطیر آکریلونیتریل در خلا - ویال‌های شیشه‌ای؛ ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری - سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه‌های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری - پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه حباب	مواد مصرفی • کربن دی سولفید؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • استون؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • هگزان؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • حلال؛ ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V) • آکریلونیتریل؛ پایدار شده؛ در دمای C° ۴ حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است. • آکریلونیتریل؛ به تازگی تقطیر شده • محلول کالیبراسیون مادر، ۴۲g/mL؛ ۵۰ میکرولیتر از آکریلونیتریل تازه تقطیر شده را به ۱۰ mL هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت ۱ هفته در دمای C° ۴ پایدار است. • هلیوم؛ خالص • هیدروژن؛ خالص • هوا؛ تصفیه شده
نمونه‌برداری پمپ‌های نمونه‌برداری فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌برداری را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌برداری را شکسته و نمونه‌برداری را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌برداری فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص	

بین 2/0 L/min تا ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۳/۵ تا ۲۰ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: یک استاندارد داخلی، برای مثال (V/V) ۰/۱٪ بنزن یا n- هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۱۰۰ میکروگرم آکریلو نیتریل در هر نمونه را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (۲٪ استن کربن دی سولفید) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم آکریلونیتریل)

نکته: مساحت زیر پیک محلول های استاندارد را با استاندارد مرجع ۰/۱ mg/ml که از آکریلونیتریل پایدار شده در هگزان تهیه شده، مقایسه کنید. هنگامی که تراکم محلول های استاندارد شروع به کاهش کرد، محلول های استاندارد جدید را تهیه کنید.

راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله جاذب مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیاندازید. توسط یک سرنگ میکرولیتری، مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیما به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب به حال خود رها کنید. لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد واجذب و آنالیز کنید. نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم آکریلونیتریل بازیافت شده، ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب، آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و سپس مقداری از آکریلو نیتریل را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته: در این شرایط زمان ماند آکریلونیتریل برابر ۸/۵ دقیقه است.

مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت بر حسب (mg/m^3) C، دی فلورو دی برمومتان، در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر (L) V به صورت زیر محاسبه می شود؛

$$C (\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش S156 در سطوح ۰/۴۸، ۰/۹۵، ۱/۹۱ میلی گرم در هر نمونه، با استفاده از نمونه های آکریلونیتریل از طریق نمونه برداری از اتمسفر استاندارد تولید شده توسط سرنگ کالیبره شده و با استفاده از محلول های اسپایک شده هگزان بر روی لوله جاذب زغال فعال تهیه شد. پس از اینکه استاندارد OSHA برای آکریلونیتریل به ۲ ppm کاهش داده شد، روش های NIOSH در سطوح ۸/۶ و ۱۶/۶ میکروگرم در هر نمونه

(دفع حلال ۲٪ استون در ۲CS)، با استفاده از کیسه‌های هوا و زغال فعال با محلول‌های استاندارد اسپایک شده آکریلو نیتریل در هگزان مورد بررسی قرار گرفت. در مقادیر بالاتر (< ۱۶ میکروگرم)، بازده آکریلو نیتریل به ترتیب ۹۴٪ و دقت برابر با ۰/۰۶ بود. در مقادیر پایین‌تر (۸/۶ میکروگرم)، باز یافت برای دو مجموعه از نمونه‌های ساخته شده از هوای استاندارد به طور متوسط ۷۹٪ با دقت برابر ۰/۱۴ بود. نمونه‌ای که توسط زغال فعال اسپایک شده تهیه گردیده، در سطح پایین‌تر دارای باز یافت ۹۴٪ می‌باشد. همبستگی بین باز یافت نمونه‌های حاصل از اتمسفر و مایع اسپایک شده در سطح پایین‌تر، بر وجود مشکل احتمالی در دقت در این سطح اشاره می‌کند. نمونه‌ها در دمای اتاق حداقل ۷ روز پایدار بودند. گزارش‌های متعددی از ترک آلاینده، در رطوبت نسبی ۸۰٪، پس از ۱۸۴ دقیقه (۳۶،۷ لیتر) با ۸ میلی گرم بر متر مکعب، و دبی ۰/۲ لیتر بر دقیقه گزارش شده است. پس از نمونه برداری از هوای خشک در ۹۲ میلی گرم در متر مکعب با دبی ۰/۲ لیتر بر دقیقه، در مدت ۴ ساعت ترک آلاینده رخ نداده است.

منابع

- [1] Gagnon, Y.T. and Posner, J.C. Recovery of Acrylonitrile from Charcoal Tubes at Low Levels, Am.Ind. Hyg. Assoc. J., 40, 923-925 (1979).
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3, S156, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [3] Criteria for a Recommended Standard...Occupational Exposure to Acrylonitrile, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-116 (1978); revised Mar, 1978 as part of NIOSH testimony at OSHA hearing.
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 1, P&CAM 202, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).
- [5] Marano, R.S., Levine, S.P. and T.M. Harvey. Trace Determination of Subnanogram Amounts of Acrylonitrile in Complex Matrices by Gas Chromatography with a Nitrogen Selective Detector. Anal. Chem., 50, 1948 (1978)
- [6] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S156, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [7] OSHA Report, Acrylonitrile Method 37, Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Analytical Laboratory, Salt Lake City, UT (May, 1982).

شماره روش: ۱۴۰۵ تاریخ انتشار: ۲۰۰۳/مارس/۱۵		الکل ترکیب شده ALCOHOLS COMBINED											
فرمول شیمیایی: جدول ۱		جدول شماره ۲: RTECS		جدول شماره ۲: CAS									
وزن مولکولی: جدول ۱													
مترادفها: به جدول شماره ۳ رجوع شود. ترکیبات: ۱) n بوتیل الکل ۲) سک بوتیل الکل ۳) ایزوبوتیل الکل ۴) n-پروپیل الکل ۵) آلیل الکل ۶) دی استن الکل ۷) سیکلو هگزانول ۸) ایزو آمیل الکل ۹) متیل ایزو بوتیل کربونیل خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی													
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۲ NIOSH: جدول شماره ۲ ACGIH: جدول شماره ۲													
روش نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال؛ پوست نارگیل ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min <table><tr><td>ترکیبات</td><td>۱-۳</td><td>۴-۹</td></tr><tr><td>حداقل حجم نمونه برداری (لیتر)</td><td>۲</td><td>۱</td></tr><tr><td>حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)</td><td>۱۰</td><td>۱۰</td></tr></table> حمل و نقل: معمولی پایداری نمونه: به ارزیابی روش رجوع شود. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه		ترکیبات	۱-۳	۴-۹	حداقل حجم نمونه برداری (لیتر)	۲	۱	حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)	۱۰	۱۰	روش اندازه گیری روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات ذکر شده در بالا حلال جداسازی: ۱ میلی لیتر ۲-پروپانول ۵٪ در دی سولفید کربن حجم تزریق: ۱ µL دمای تزریق: ۲۲۰ °C دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C تا ۳۰۰ °C ستون: ۳۵ °C (۷ دقیقه) تا ۶۰ °C با نسبت دمای ۵ °C/min به مدت ۵ دقیقه و تا ۱۲۰ °C درجه با نسبت دمای ۱۰ °C/min به مدت ۳ دقیقه گاز حامل: هلیوم (۴ mL/min) ستون: موئینه پر شده از سیلیکا با قطر داخلی ۰/۳۲ میلیمتر و طول ۳ متر با فیلمی به ضخامت ۰/۵ میکرومتر از پلی اتیلن گلیکول یا معادل آن کالیبرا سیون: محلول های آنالیت در حلال یا سایر استانداردهای داخلی حد تشخیص: ۰/۱ میکروگرم در نمونه		
ترکیبات	۱-۳	۴-۹											
حداقل حجم نمونه برداری (لیتر)	۲	۱											
حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)	۱۰	۱۰											

گستره سنجش و دقت ($\overline{S_p}$): به ارزیابی روش مراجعه گردد.	
احتیاط‌های ویژه دی سولفید کربن ماده‌ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می‌باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود. پروپانول، هگزان و هپتان قابل اشتعال بوده و باید زیر هود جابجا شوند. دستکش، عینک حفاظتی و لباس‌های حفاظتی مناسب بپوشید.	صحت
کاربرد این روش می‌تواند برای تعیین دو یا چند آنالیت به طور همزمان با تغییر شرایط GC استفاده شود (مثلا با برنامه‌ریزی دمایی).	
مداخله‌گرها رطوبت بالا ظرفیت نمونه‌برداری را کاهش می‌دهد. ترکیبات با فراریت پایین می‌توانند جایگزین ترکیبات با فراریت بالا گردند.	
روش‌های دیگر این روش ترکیبی و به روز رسانی شده ویرایش چهارم روش NIOSH 1401 و NIOSH 1402 است. حد تشخیص برای هر آنالیت تقریباً ده برابر کمتر از روش‌های قدیمی است.	
تجهیزات نمونه‌برداری - نمونه‌بردار، لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی دارد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پو سته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار در لوله‌ها در دبی ۱ L/min باید کمتر از ۳/۴ kPa باشد. لوله‌ها بطور تجاری در بازار موجود می‌باشند. - پمپ نمونه‌بردار فردی بادبی ۰/۱ تا ۰/۲ L/min با لوله‌های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، مجهز به آشکار ساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین - ویال‌های شیشه‌ای؛ ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - بالن ژوژه ۱۰ میلی‌لیتری - سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه‌های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری	مواد شیمیایی مصرفی • دی سولفید کربن؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • ۲-پروپانول؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • هگزان؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • هپتان؛ دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی • حلال؛ دی سولفید کربن با ۵٪ حجمی ۲-پروپانول و ۵٪ حجمی هگزان یا سایر استانداردهای داخلی • نکته: n-دکان ۰/۱ درصد حجمی یا سایر استانداردهای مناسب می‌تواند بکار گرفته شود. • آنالیت • ۱۰۰ میلی گرم / میلی لیتر محلول استاندارد. از هر آنالیت در هپتان آماده نمایید. • نیتروژن خالص • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوا، تصفیه شده و فشرده
نمونه‌برداری پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را شکسته و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص بین ۰/۲ تا ۰/۱ L/min (۲ تا ۱۰ لیتر برای n-بوتیل الکل و سبک بوتیل الکل و ایزو بوتیل الکل) انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه‌بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.	

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال‌های جداگانه‌ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۱ تا ۱۰۰۰ میکروگرم آکریلو نیتریل در هر نمونه را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (۲٪ استن کربن دی سولفید) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم آکریلونیتریل)

راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد لوله جاذب مورد استفاده در نمونه‌برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه‌بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیانداژید. توسط یک سرنگ میکرولیتری، مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب به حال خود رها کنید. لوله‌های مذکور را به همراه محلول‌های استاندارد و جاذب و آنالیز کنید. نموداری از راندمان و جذب در برابر میکروگرم ماده بازیافت شده، ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب، آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و سپس مقداری از آکریلو نیتریل را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه‌بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت بر حسب C (mg/m^3)، دی‌فلورو دی برمومتان، در حجم هوای نمونه‌برداری شده بر حسب لیتر V (L) به صورت زیر محاسبه می‌شود؛

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

منابع

- [1] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185.
- [2] NIOSH [1994]. Methods 1401 and 1402. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [3] Taylor DG, eds [1977]. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.2., Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare. DHHS (NIOSH) Publication No. 77-157-B.
- [4] Yoon YH, Perkins JB, Reynolds JM [2002]. Back-up Data Report for Alcohols Combined. DataChem Laboratories, Inc. under NIOSH contracts CDC-200-95-2955 and CDC 200-2001-08000 (August).

جدول ۱- مشخصات

Compound	Formula	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	M.W.	Density (g/mL)	BP (°C)	VP @ 20°C, kPa (mm Hg)
n-Butyl alcohol	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.810 @ 20 °C	117	0.56 (4.2)
sec-Butyl alcohol	CH ₃ CH(OH)CH ₂ CH ₃ ; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.808 @ 20 °C	99.5	1.7 (13)
Isobutyl alcohol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ OH; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.806 @ 15 °C	108	1.2 (9)
n-Propyl alcohol	CH ₃ CH ₂ CH ₂ OH; C ₃ H ₈ O	2.46	60.09	0.805 @ 20 °C	97	2.0 (15)
Allyl alcohol	CH ₂ =CHCH ₂ OH; C ₃ H ₆ O ₂	2.37	58.08	0.854	96-97	2.3 (17)
Diacetone alcohol	(CH ₃) ₂ C(OH)CH ₂ COCH ₃ ; C ₆ H ₁₂ O ₂	4.75	116.16	0.931 @ 25 °C	167.9	0.1 (0.8)
Cyclohexanol	C ₆ H ₁₂ O	4.09	100.16	0.962	161: MP=24	0.13 (1.0)
Isoamyl alcohol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH; C ₅ H ₁₂ O	3.60	88.15	0.813 @ 15 °C	132	3.7 (28)
Methyl isobutyl carbinol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH(OH)CH ₃ ; C ₆ H ₁₄ O	4.18	102.18	0.802	132	0.4 (3)

جدول ۲- اطلاعات عمومی

Compound	CAS #	RETECS #	Exposure Limits		
			OSHA (ppm)	NIOSH (ppm)	ACGIH (ppm)
n-Butyl alcohol	71-36-3	EO1400000	100 TWA	C 50 (skin)	C 50 (skin)
sec-Butyl alcohol	78-92-2	EO1750000	150 TWA	100 TWA; 150 STEL	100 TWA
Isobutyl alcohol	78-83-1	NP9625000	100 TWA	50 TWA	50 TWA
n-Propyl alcohol	71-23-8	UH8225000	200 TWA	200 TWA; 250 STEL(skin)	200 TWA; 250 STEL (skin)
Allyl alcohol	107-18-6	BA5075000	2 TWA; (skin)	2 TWA; 4 STEL (skin) (Group 1 Pesticide)	2 TWA; 4 STEL (skin)
Diacetone alcohol	123-42-2	SA9100000	50 TWA	50 TWA	50 TWA
Cyclohexanol	108-93-0	GV7875000	50 TWA	50 TWA (skin)	50 TWA (skin)
Isoamyl alcohol	123-51-3	EL5425000	100 TWA	100 TWA; 125 STEL(skin)	100 TWA; 125 STEL
Methyl isobutyl carbinol	108-11-2	SA7350000	25 TWA; (skin)	25 TWA; 40 STEL (skin)	25 TWA; 40 STEL (skin)

جدول ۳- مترادفها

Compound	Synonyms
(1) n-butyl alcohol	1-butanol; n-butanol; propyl carbinol.
(2) sec-Butyl alcohol	2-butanol; methyl ethyl carbinol; 2-hydroxybutane.
(3) isobutyl alcohol	2-methyl-1-propanol; isopropyl carbinol; IBA.
(4) n-propyl alcohol	1-propanol; ethyl carbinol.
(5) allyl alcohol	2-propen-1-ol; 2-propenol; vinyl carbinol.
(6) diacetone alcohol	4-hydroxy-4-methyl-2-pentanone; 2-methyl-2-pentanol-4-one.
(7) cyclohexanol	hexalin; hydralin; hydroxycyclohexane; anol.
(8) isoamyl alcohol	3-methyl-1-butanol; isobutylcarbinol; isopentyl alcohol.
(9) methyl isobutyl carbinol	MIBC; 4-methyl-2-pentanol; methyl amyl alcohol.

	الکل های نوع اول ALCOHOLS I	شماره روش: ۱۴۰۰ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴											
CAS: ۲ جدول شماره RTECS: ۲ جدول شماره		فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱											
ترکیبات و مترادفها : (۱) اتانول(اتیل الکل) (۲) ایزو پروپیل الکل (۲-پروپانول) (۳) ترت بوتیل الکل (۲-متیل-۲-پروپانول) خصوصیات:جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی													
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۲ NIOSH: جدول شماره ۲ ACGIH: جدول شماره ۲													
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات ذکر شده در بالا حلال جداسازی: ۱ میلی لیتر ۲-بوتانول ۱٪ در دی سولفید کربن حجم تزریق: ۵ μL دمای تزریق: ۲۰۰ °C دمای آشکار ساز: ۲۵۰ °C تا ۳۰۰ °C دمای ستون: ۶۵ °C تا ۷۰ °C گاز حامل: هلیوم یا ازت (۳۰ mL/min) ستون: شیشه‌ای با قطر داخلی ۴ میلیمتر و طول ۲ متر پر شده با 0.2% Carbowax1500 on 60/80 Carbowax C یا معادل آن کالیبرا سیون: محلول های آنالیت در حلال یا سایر استانداردهای داخلی حد تشخیص: ۰/۰۱ میلی گرم در نمونه گستره سنجش و دقت ($\overline{S_r}$): به ارزیابی روش مراجعه گردد.	روش نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال؛ پوست نارگیل ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای اتیل الکل $\geq ۰/۵$ L/min <table><tr><td>۳</td><td>۲</td><td>۱</td><td></td></tr><tr><td>۱</td><td>۰/۳</td><td>۰/۱</td><td>حداقل حجم نمونه برداری</td></tr><tr><td>۱۰</td><td>۳</td><td>۱</td><td>حداکثر حجم نمونه برداری</td></tr></table> حمل و نقل: سرد پایداری نمونه: نامشخص - در فریزر نگهداری شود. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	۳	۲	۱		۱	۰/۳	۰/۱	حداقل حجم نمونه برداری	۱۰	۳	۱	حداکثر حجم نمونه برداری
۳	۲	۱											
۱	۰/۳	۰/۱	حداقل حجم نمونه برداری										
۱۰	۳	۱	حداکثر حجم نمونه برداری										
احتیاط های ویژه دی سولفید کربن، ماده ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد(نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد).کار با این مواد فقط باید زیر هود انجام شود.	صحت												

کاربرد

محدوده کاری ppm ۱۶ تا ۱۰۰۰ اتانول (۳۰ تا ۱۹۰۰ میلی گرم بر مترمکعب) برای یک نمونه هوا ۱ لیتری؛ ppm ۴ تا ۱۰۰۰ ایزوپروپیل الکل (۱۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم بر مترمکعب) برای یک نمونه هوای ۳ لیتری و ppm ۱ تا ۱۰۰ برای تیپوتیل الکل (۳ تا ۳۰۰ میلی گرم بر مترمکعب) برای یک نمونه هوای ۱۰ لیتری می باشد. این روش بعنوان یک روش با جذب ساده استفاده می گردد و می تواند برای تعیین دو یا چند آنالیت به طور همزمان با تغییر شرایط GC استفاده گردد (مثلا با برنامه ریزی دمایی).

مداخله گر ها

رطوبت بالا، کارایی نمونه برداری را کاهش می دهد. روش ها با استفاده از ستون استیل با قطر داخلی ۳ میلیمتر و طول ۳ متر پر شده با ۱۰٪ از FFAP on Chromosorb W-AW یا دیگر ستون های معادل با رزولشن بالاتر تایید گردیده است. ترکیبات با فراریت کمتر می تواند جایگزین ترکیبات با فراریت بیشتر در زغال فعال گردند.

روش های دیگر

این روش ترکیبی از روش های S63, S65, S56 و جایگزین آنها می باشد.

مواد شیمیایی مصرفی

- حلال؛ دی سولفید کربن، دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی با ۱٪ حجمی ۲-بوتانول و ۲٪ حجمی n-n دکان و ۰/۱٪ حجمی اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی
- آنالیت؛ دارای خلوص مناسب برای آزمایش
- نیتروژن خالص
- هیدروژن پیش تصفیه شده
- هوا؛ تصفیه شده و فشرده

تجهیزات نمونه برداری

- نمونه بردار؛ لوله شیشه ای، با طول ۷cm، قطر خارجی ۶mm و قطر داخلی ۴mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در دمای ۶۰۰°C (قسمت جلویی: ۱۰۰mg، قسمت عقبی: ۵۰mg) است که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید کمتر از ۳/۴kPa باشد.
- پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- کیسه یخ
- ویال های شیشه ای؛ ۲
- سرنگ های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه حباب

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در دبی مشخص بین ۰/۲ تا ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۱ لیتر (برای اتانول) ۰/۳ تا ۳ لیتر (برای ایزوپروپیل الکل) و ۰/۱ تا ۱۰

لیتر برای تیپوتیل الکل انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار گذاشته و آن را به همراه بسته های یخ جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره نمونه برداری را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری به دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنالیت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آنالیت). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیندازید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول های فوق را جدا سازی کرده و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و سپس مقداری از آکریلو نیتریل را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد. غلظت بر حسب $C \text{ (mg/m}^3\text{)}$ ، در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر $V \text{ (L)}$ به صورت زیر محاسبه می شود؛

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش های S56، S65 و S63 در تاریخ ۱۷ ژانویه ۱۹۷۵ با استفاده از نمونه های هوا ۱، ۳ و ۱۰ لیتری هوا، به ترتیب از نمونه های به دست آمده از هوای خشک، با استفاده از اتانول خالص و ۲- پروپانول و تیپوتیل الکل توسط سرنگ کالیبره شده منتشر گردیده است. مطالعات انجام شده بیانگر بایاس و تأثیر غیر قابل توجه در هر روش است.

روش	Overall Precision	بازيافت	Range Studied		Breakthrough	DE ميانگين	(Sr) Measurement Precision
			mg/m ³	mg per sample			
S56	٠/٠٦٥	١٠٣,٦٪	٣٣٠٠ تا ٩٠٠	٤ تا ١	١/٦	٠/٧٩	٠/٠٢٧
S65	٠/٠٦٤	٩٦,٧٪	١٨٩٠ تا ٥٠٥	٥ تا ١	٦	٠/٩٣	٠/٠٣٣
S63	٠/٠٧٥	١٠٠,٣٪	٦٠٠ تا ١٦٥	٦ تا ١/٥	١٧	٠/٩١	٠/٠١٨

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (NIOSH) Publication No. 77-185 (1977).
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequence #3990-S (unpublished, November 3, 1983).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2., S56, S65 and S63, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

جدول ١- مشخصات

Compound	Formula	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	M.W.	Density @ 20 °C (g/mL)	BP (°C)	VP @ 20 °C, kPa (mm Hg)
Ethanol	CH ₃ CH ₂ OH; C ₂ H ₆ O	1.883	46.07	0.789	78.5	5.6 (42)
Isopropyl alcohol	CH ₃ CH(OH)CH ₃ ; C ₃ H ₈ O	2.46	60.09	0.785	82.5	4.4 (33)
tert-Butyl alcohol	(CH ₃) ₃ COH; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.786	82.4; MP = 25.6 °C	4.1 (31)

جدول ٢- اطلاعات عمومی

COMPOUND	EXPOSURE LIMITS (ppm)			CAS#	RTECS#
	OSHA	NIOSH	ACGIH		
Ethanol	TWA 1000	1000	1000	64-17-5	KQ6300000
Isopropyl alcohol	TWA 400	400 500 STEL	400 500 STEL	67-63-0	NT8050000
tert-Butyl alcohol	TWA 100	100 150 STEL	100	75-65-0	EO1925000

	الکل نوع دوم ALCOHOLS II	شماره روش: ۱۴۰۱ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴														
CAS: ۲ جدول شماره RTECS: ۲ جدول شماره		فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱														
ترکیبات و مترادفها: (۱) n-بوتیل الکل، ۱-بوتانول، n - بوتانل، پروپیل کاربینول (۲) سک بوتیل الکل: ۲-بوتانل، متیل الکل کاربونیل، ۲-هیدروکسی بوتان (۳) ایزوبوتیل الکل، ۲-۱-پروپانول، ایزوپروپیل کاربینول، IBA (۴) n - پروپیل الکل: ۱-پروپانول، اتیل کربونیل خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی																
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۲ NIOSH: جدول شماره ۲ ACGIH: جدول شماره ۲																
روش اندازه گیری دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات بالا حلال جداسازی: ۱ mL ۲-پروپانول / ۱ درصدی سولفید کربن حجم تزریق: ۵ μL دمای تزریق: ۲۰۰ °C دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C تا ۳۰۰ دمای ستون: ۶۵ °C تا ۷۰ گاز حامل: هلیوم یا ازت (۳۰ mL/min) ستون: شیشه‌ای با قطر داخلی ۲ میلی‌متر و طول ۳ متر پر شده با 10% SP-1000 on 80/100 mesh Chromosorb WHP, یا معادل آن کالیبرا سیون: محلول‌های آنالیت در حلال یا سایر استانداردهای داخلی محدوده تشخیص: ۰/۰۱ میلی گرم در نمونه گستره سنجش و دقت ($\overline{K_r}$): به ارزیابی روش مراجعه گردد.	روش نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد؛ زغال فعال؛ پوست نارگیل mg ۵۰/۱۰۰ دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای اتیل الکل $L/min \geq ۰/۰۵$ <table><tr><td>۴</td><td>۳</td><td>۲</td><td>۱</td><td></td></tr><tr><td>۱</td><td>۲</td><td>۲</td><td>۲</td><td>حداقل حجم نمونه برداری (L)</td></tr><tr><td>۱۰</td><td>۱۰</td><td>۱۰</td><td>۱۰</td><td>حداکثر حجم نمونه برداری (L)</td></tr></table> حمل و نقل: معمولی پایداری نمونه: نامشخص- در فریزر نگهداری شود. نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	۴	۳	۲	۱		۱	۲	۲	۲	حداقل حجم نمونه برداری (L)	۱۰	۱۰	۱۰	۱۰	حداکثر حجم نمونه برداری (L)
۴	۳	۲	۱													
۱	۲	۲	۲	حداقل حجم نمونه برداری (L)												
۱۰	۱۰	۱۰	۱۰	حداکثر حجم نمونه برداری (L)												

احتیاط‌های ویژه دی سولفید کربن ماده‌ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می‌باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط باید زیر هود انجام شود.	صحت
کاربرد این روش می‌تواند برای تعیین دو یا چند آنالیت به طور همزمان با تغییر شرایط GC استفاده شود (مثلا با برنامه ریزی دمایی).	
مداخله گر‌ها: روش‌ها با استفاده از ستون استیل با قطر داخلی ۳ میلی‌متر و طول ۳ متر پر شده با ۱۰٪ از FFAP on Chromosorb W-AW یا دیگر ستون‌های معادل با رزولشن بالاتر تایید گردیده است.	
روش‌های دیگر: این روش ترکیبی از روش‌های S53, S64, S66 و S62 جایگزین آنها می‌باشد.	
تجهیزات نمونه‌برداری - نمونه بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷cm، قطر خارجی ۶mm و قطر داخلی ۴mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در دمای ۶۰۰°C (قسمت جلویی: ۱۰۰mg، قسمت عقبی: ۵۰mg) است که توسط یک لایه ۲ میلی‌متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min باید کمتر از ۳/۴kPa باشد. - پمپ نمونه‌بردار فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکار ساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون - کیسه یخ - سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه‌های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری - ویال‌های شیشه‌ای؛ ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال؛ دی سولفید کربن، دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی با ۱٪ حجمی ۲-بوتانول و ۲٪ حجمی n-n دکان و ۰/۱٪ حجمی اتیل بنزن یا سایر استانداردهای داخلی • آنالیت؛ دارای خلوص مناسب برای آزمایش • محلول استاندارد مادر؛ ۱۰۰ mg/ml، محلول‌های آنالیت در هپتان • نیتروژن خالص • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوا؛ تصفیه شده و فشرده
نمونه‌برداری پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را شکسته و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص بین ۰/۲ تا ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱ لیتر (برای سک بوتانول و ایزوبوتیل الکل ۱۰ تا ۱۲ لیتر) انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه‌بردار گذاشته و آن را به همراه بسته‌های یخ جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.	

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال‌های جداگانه‌ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال‌ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره نمونه‌برداری را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری به دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنالیت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آنالیت). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه‌برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه‌بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله‌های شاهد را دور بیانداژید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول‌های فوق را جداسازی کرده و به همراه محلول‌های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و سپس مقداری از آکریلو نیتریل را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه‌بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت را بر حسب C (mg/m^3)، در حجم هوای نمونه‌برداری شده برحسب لیتر V (L) به صورت زیر محاسبه می‌شود؛

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش‌های S66 (n-بوتیل‌الکل)، S53 (سک بوتیل‌الکل) و (ایزوبوتیل‌الکل) S64 و S62 (n-پروپیل‌الکل) در تاریخ ۱۷ ژانویه ۱۹۷۵ با استفاده از نمونه‌های هوا ۱۰ لیتری، با تزریق الکل خالص توسط سرنگ کالیبره شده، در هوای خشک منتشر گردیده است. مطالعات انجام شده بیانگر بایاس و تأثیر غیر قابل توجه در هر روش است.

روش	دقت کلی	بازیافت	دامنه مطالعات		Breakthrough	میانگین راندمان جذب	(Sr)دقت اندازه گیری
			mg/m ³	mg per sample			
S۶۶	۰/۰۶۵	%۱۰۰	۶۱۰ تا ۱۷۰	۶ تا ۱,۵	۳۵ لیتر	۰/۸۹	۰/۰۲۱
S۵۳	۰/۰۶۶	%۱۰۷,۲	۸۵۰ تا ۲۷۰	۹ تا ۲,۲	۱۵	۰/۹۲	۰/۰۲۸
S۶۴	۰/۰۷۳	%۱۰۰	۶۲۰ تا ۱۸۰	۶ تا ۱۰,۵	۳۱	۰/۸۵	۰/۰۲۳
S۶۲	۰/۰۷۵	%۱۰۳,۵	۸۳۵ تا ۲۲۵	۱۰ تا ۲,۵	۱۹	۰/۸۹	۰/۰۱۶

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequence #3990-X (unpublished, November 3, 1983).
- NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2., U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

جدول ۱- مشخصات

Compound	Formula	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	M.W.	Density (g/mL)	BP (°C)	VP @ 20 °C, kPa (mm Hg)
n-Butyl alcohol	CH ₃ CH ₂ CH ₂ CH ₂ OH; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.810 @ 20°C	117	0.56 (4.2)
sec-Butyl alcohol	CH ₃ CH(OH)CH ₂ CH ₃ ; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.808 @ 20°C	99.5	1.7 (13)
Isobutyl alcohol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH; C ₄ H ₁₀ O	3.03	74.12	0.806 @ 15°C	108	1.2 (9)
n-Propyl alcohol	CH ₃ CH ₂ CH ₂ OH; C ₃ H ₈ O	2.46	60.09	0.805 @ 20°C	97	2.0 (15)

جدول ۲- اطلاعات عمومی

COMPOUND	CAS#	RTECS#	Exposure Limits (ppm)		
			OSHA	NIOSH	ACGIH
n-Butyl alcohol	71-36-3	EO1400000	100 TWA	C 50 (skin)	C 50 (skin)
sec-Butyl alcohol	78-92-2	EO1750000	150 TWA	100 TWA; 150 STEL	100 TWA
Isobutyl alcohol	78-83-1	NP9625000	100 TWA	50 TWA	50 TWA
n-Propyl alcohol	71-23-8	UH8225000	200 TWA	200 TWA; 250 STEL (skin)	200 TWA; 250 STEL (skin)

	الکل نوع سوم ALCOHOLS III	شماره روش: ۱۴۰۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
CAS:۲ جدول شماره ۲ RTECS:۲ جدول شماره ۲		فرمول شیمیایی: جدول ۱ وزن مولکولی: جدول ۱
ترکیبات و مترادف ها : (۱) آلایل الکل ۲-پروپن -۱ اول، وینیل کاربینول (۲) دی استن الکل: ۴-هیدروکسی -۴ متیل -۲-پنتانول و تانل، ۲ متیل ۲ پنتانول ۴ وان (۳) سیکلو هگزانون: هگزالین، هیدرالین، هیدروکسی سیکلو هگزان، آنول (۴) ایزو آمیل الکل: ۳ متیل ۱ بوتانول، ایزوبوتیل کربونیل، ایزوپنتیل الکل (۵) متیل ایزو بوتیل الکل: MIBC، ۴ متیل ۲ پنتانول، متیل آمیل الکل خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۲ NIOSH: جدول شماره ۲ ACGIH: جدول شماره ۲		
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات بالا حلال جداسازی: ۱ میلی لیتر ۲-پروپانول ۵٪ در دی سولفید کربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ μL دمای تزریق: ۲۰۰°C دمای آشکار ساز: ۲۵۰°C تا ۳۰۰ دمای ستون: ۸۰°C تا ۱۲۰ گاز حامل: هلیوم یا ازت (۳۰ mL/min) ستون: شیشه ای با قطر داخلی ۲ میلیمتر و طول ۳ متر پر شده با 10% SP-1000 on 80/100 mesh Supelcoport یا معادل آن کالیبراسیون: محلول های آنالیت در حلال یا سایر استانداردهای داخلی حد تشخیص: ۰/۰۱ میلی گرم در نمونه گستره سنجش و دقت ($\overline{S_r}$): به ارزیابی روش مراجعه گردد.	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال، پوست نارگیل ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای اتیل الکل $L/min \geq ۰/۰۵$ حداقل حجم نمونه برداری: ۱ لیتر حداکثر حجم نمونه برداری: ۱۰ لیتر حمل و نقل: معمولی پایداري نمونه: نامشخص- در فریزر نگهداری شود. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه	

احتیاط‌های ویژه	صحت
دی سولفید کربن ماده‌ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می‌باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط باید زیر هود انجام شود.	
کاربرد محدوده کاری ۱ تا ۱۰ میلی گرم در متر مکعب برای ۱۰ لیتر نمونه هوای حاوی آلایل الکل مناسب است (سایر آنالیت‌ها از ۴۵ تا ۱۴۰ میلی گرم در متر مکعب در حد پایین و ۱۷۵ تا ۶۸۰ میلی گرم در متر مکعب در حد بالا). این روش می‌تواند برای تعیین دو یا چند آنالیت به طور همزمان با تغییر شرایط GC استفاده شود (مثلا برنامه ریزی دمایی).	
مداخله‌گرها رطوبت بالا، ظرفیت نمونه‌بردار را کاهش می‌دهد. این روش با استفاده از ستون استیل با قطر داخلی ۳ میلی‌متر و طول ۳ متر پر شده با ۱۰٪ از FFAP on Chromosorb W-AW یا دیگر ستون‌های معادل یا با رزولیشن بالاتر تایید گردیده است. ترکیبات با فراریت پایین می‌توانند جایگزین ترکیبات با فراریت بالا گردند.	
روش‌های دیگر این روش ترکیب و جایگزین روش‌های S52، S54، S55 و S58 می‌باشد.	
تجهیزات - نمونه بردار؛ لوله شیشه‌ای، با طول ۷cm، قطر خارجی ۶mm و قطر داخلی ۴mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پو سته نارگیل تولید شده در دمای ۶۰۰°C (قسمت جلویی: ۱۰۰mg، قسمت عقبی: ۵۰mg) است که توسط یک لایه ۲ میلی‌متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید کمتر از ۳/۴kPa باشد. - پمپ نمونه‌بردار فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکار ساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون - سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه‌های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری - ویال‌های شیشه‌ای؛ ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال؛ دی سولفید کربن، دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی با ۱٪ حجمی ۲-بوتانول و ۲٪ حجمی n-پنتا دکان و ۰/۱٪ حجمی هگزان یا سایر استانداردهای داخلی • آنالیت؛ دارای خلوص مناسب برای آزمایش • آن هپتان • محلول استاندارد مادر؛ ۱۲ mg/ml، محلول‌های آنالیت در هپتان • نیتروژن خالص • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوا؛ تصفیه شده و فشرده
نمونه‌برداری پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را شکسته و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید. نمونه‌برداری را در دبی مشخص بین ۰/۲ تا ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱ لیتر (برای سک بوتانول و ایزوبوتیل الکل ۲ تا ۱۰ لیتر) انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه‌بردار را گذاشته و آن را به دقت بسته بندی کنید.	

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال‌های جداگانه‌ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد، باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۱ mL حلال به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال‌ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره نمونه‌برداری را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری به دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنالیت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آنالیت). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه‌برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه‌بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله‌های شاهد را دور بیندازید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول‌های فوق را جداسازی کرده و به همراه محلول‌های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت باز یافت شده ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و سپس مقداری از آکریلو نیتریل را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه‌بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد. غلظت را بر حسب C (mg/m^3)، در حجم هوای نمونه‌برداری شده برحسب لیتر V (L) به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$C (\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \times 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش های S52 (آلیل الکل)، S55 (دی استن الکل) و (سیکلو هگزانول) S54 و S58 (ایزو آمیل الکل) در تاریخ ۱۷ ژانویه ۱۹۷۵ با استفاده از نمونه های هوای ۱۰ لیتری، با تزریق ماده خالص، توسط سرنگ کالیبره شده در هوای خشک منتشر گردیده است. مطالعات انجام شده بیانگر تورش و تأثیر غیر قابل توجه در هر روش است.

روش	دقت کلی	بازیافت	دامنه مطالعات		ترك آلاینده	میانگین راندمان جذب	دقت
			mg/m ³	mg per sample			
S52	۰/۱۱۱	۹۸,۸٪	۱,۸ تا ۸,۴	۰,۱ تا ۰,۲	۴۸ <	۰/۹	۰/۰۲۳
S55	۰/۱۰۴	۹۱,۸٪	۵۱۰ تا ۱۴۰	۴,۷ تا ۱,۱	۴۸ <	۰/۷۸	۰/۰۵۴
S54	۰/۰۸	۹۸,۹٪	۳۸۰ تا ۹۵	۱ تا ۴	۴۸ <	۰/۹۹	۰/۰۱۵
S58	۰/۰۷۷	۱۰۷,۶٪	۶۸۰ تا ۱۹۵	۷ تا ۱,۸	۳۴	۰/۹۹	۰/۰۲
S6۰	۰/۰۸	۱۰۱,۸	۱۷۵ تا ۴۵	۲ تا ۰,۵	۴۸ <	۰/۹۹	۰/۰۳۵

منابع

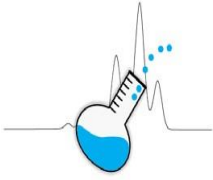
- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequence #3990-V (unpublished, November 4, 1983).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2., U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

جدول ۱- مشخصات

Compound	Formula	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	MW	Density (g/mL)	BP (°C)	VP @ 20 °C, kPa (mm Hg)
Allyl alcohol	CH ₂ =CHCH ₂ OH; C ₃ H ₆ O	2.37	58.08	0.854 @ 20°C	96-97	2.3 (17)
Diacetone alcohol	(CH ₃) ₂ C(OH)CH ₂ COCH ₃ ; C ₆ H ₁₂ O ₂	4.75	116.16	0.931 @ 25°C	167.9	0.1 (0.8)
Cyclohexanol	C ₆ H ₁₂ O	4.09	100.16	0.962	161; MP = 24	0.13 (1.0)
Isoamyl alcohol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH ₂ OH; C ₅ H ₁₂ O	3.60	88.15	0.813 @ 15°C	132	3.7 (28)
Methyl isobutyl carbinol	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ CH(OH)CH ₃ ; C ₆ H ₁₄ O	4.18	102.18	0.802	132	0.4 (3)

جدول ۲- اطلاعات عمومی

COMPOUND	CAS#	RTECS#	EXPOSURE LIMITS (ppm)		
			OSHA	NIOSH	ACGIH
Allyl alcohol	107-18-6	BA5075000	2 TWA; (skin)	2 TWA; 4 STEL (skin) (Group I Pesticide)	2 TWA; 4 STEL (skin)
Diacetone alcohol	123-42-2	SA9100000	50 TWA	50 TWA	50 TWA
Cyclohexanol	108-93-0	GV7875000	50 TWA	50 TWA (skin)	50 TWA (skin)
Isoamyl alcohol	123-51-3	EL5425000	100 TWA	100 TWA; 125 STEL (skin)	100 TWA; 125 STEL
Methyl isobutyl carbinol	108-11-2	SA7350000	25 TWA; (skin)	25 TWA; 40 STEL (skin)	25 TWA; 40 STEL (skin)

	الکل نوع چهارم ALCOHOLS IV		شماره روش: ۱۴۰۳ شماره ۱: ۱۵/آگوست/۱۹۹۰ شماره ۳: ۱۵/مارس/۲۰۰۳								
CAS: 09-86-4	RTECS: KL5775000	وزن مولکولی: ۷۶/۰۹	فرمول شیمیایی: $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_3$								
CAS: 110-80-5	RTECS: KK8050000	وزن مولکولی: ۹۰/۱۲	فرمول شیمیایی: $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{OCH}_2\text{CH}_3$								
CAS: 111-76-2	RTECS: KJ8575000	وزن مولکولی: ۱۱۸/۱۷	فرمول شیمیایی: $\text{HOCH}_2\text{CH}_2\text{O}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$								
متراصف ها: (۱) متوکسی اتانول: متیل سلوسولو، اتیلن گلیکول مونو متیل اتر (۲-EGME)											
(۲) اتوکسی اتانول: سلوسولو، اتیلن گلیکول مونو اتیل اتر (۲-EGME)											
(۳) بوتوکسی اتانول: بوتیل سلوسولو، اتیلن گلیکول مونوبوتیل اتر (۲-EGME)											
خصوصیات: جدول شماره ۱											
ارزیابی: کامل											
حدود مجاز مواجهه											
OSHA: جدول شماره ۱											
NIOSH: جدول شماره ۱											
ACGIH: جدول شماره ۱											
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ۲- متوکسی اتانول-۲ اتوکسی اتانول، ۲- متوکسی اتانول محلول استخراچ: ۱ میلی لیتر کلرید متیلن/متانول در حمام اولتراسونیک (5:95) به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱ μL دمای تزریق: 225°C دمای آشکار ساز: 300°C دمای ستون: 40°C (1 min) - 200°C ($12^\circ\text{C}/\text{min}$) گاز حامل: هلیوم 2.5-3.0 mL/min ستون: موئینه، سیلیکای گداخته شده، طول ۳۰ متر در ۰/۳۲ میلی متر از crossbonded carbowax®-DA یا معادل آن کالیبراسیون: محلول های آنالیت در جداسازی حلال حد تشخیص: (۱) ۰/۸ (۲) ۰/۷ (۳) ۱ میکروگرم/ نمونه گستره سنجش: (۱) ۲ تا ۳۸۷ μg (۲) ۲ تا ۳۷۳ μg (۳) ۳ تا ۳۶۱ μg دقت ($\bar{S}_r$): (۱) ۰/۰۲۴ (۲) ۰/۰۲۲ (۳) ۰/۰۴۸	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال، پوست نارگیل ۵۰/۰۰ mg دبی: ۰/۰۵ - ۰/۰۱ l/min <table border="1" data-bbox="927 1200 1497 1305"> <tr> <td>حد اقل حجم نمونه برداری (لیتر)</td> <td>۶</td> <td>۱</td> <td>۲</td> </tr> <tr> <td>حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)</td> <td>۵۰</td> <td>۶</td> <td>۱۰</td> </tr> </table> حمل و نقل: معمول ماندگاری نمونه: حدود ۳۰ روز در ۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه			حد اقل حجم نمونه برداری (لیتر)	۶	۱	۲	حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)	۵۰	۶	۱۰
حد اقل حجم نمونه برداری (لیتر)	۶	۱	۲								
حداکثر حجم نمونه برداری (لیتر)	۵۰	۶	۱۰								

احتیاط‌های ویژه	صحت
کاربرد برای محدوده کاری 2-methoxyethanol برابر با ppm ۰/۰۹۵ تا ۲۰۴ برای یک نمونه با ۶ لیتر حجم، برای 2-ethoxyethanol برابر ppm ۰/۰۵۳ تا ۹۹ (۰/۲۲ تا ۳۷۳ mg/m³) برای ۱ لیتر نمونه و برای 2-butoxyethanol برابر ppm ۰/۳ تا ۳۶/۸ (۱/۵ تا ۱۸۰ mg/m³) برای ۲ لیتر نمونه می باشد.	
مداخله گر ها هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه آنالیت باشد، می تواند ایجاد تداخل کند.	
روش های دیگر این روش اصلاح شده روش NIOSH1403، برای آگوست ۱۹۹۴ است. روش قبلی با روش های S76 [2], S79 [2], and S361 [3] ترکیب شده بود. دیگر روش های دارای حساسیت کمتر شامل OSHA 79 [4] and SHA 83 [5] می باشد.	
تجهیزات - نمونه بردار؛ لوله شیشه ای، با طول ۷cm، قطر خارجی ۶mm و قطر داخلی ۴mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در دمای ۶۰۰°C (قسمت جلویی): ۱۰۰mg، قسمت عقبی: ۵۰mg است که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید کمتر از ۳/۴kPa باشد. - پمپ نمونه بردار فردی با دبی ۰/۰۵ - ۰/۱ L/min به همراه لوله های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون - سرنگ های کوچک ۱۰، ۲۵ و ۱ میلی لیتری - ویال های شیشه ای؛ ۱۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • متیلن کلراید؛ (دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)) • متانول؛ (دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)) • محلول جداسازی؛ متیلن کلراید؛ (دارای خلوص مناسب برای کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC)) - دارای ۵ درصد متانول • 2-methoxyethanol • 2-ethoxyethanol • 2-butoxyethanol • هلیوم، خالص • هیدروژن، خالص • هوا، تصفیه شده
نمونه برداری پمپ نمونه برداری را همراه یک نمونه بردار کالیبره نمایید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۰۵ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۶ تا ۵۰ لیتر برای 2-methoxyethanol و ۱ تا ۶ لیتر برای 2-ethoxyethanol و ۲ تا ۱۰ لیتر برای 2-butoxyethanol انجام دهید. نکته: حداکثر دبی برای 2-methoxyethanol and 2-butoxyethanol برابر ۰/۲ لیتر در دقیقه می باشد. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.	

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه جداکننده بخش جلویی را در یک ویال گذاشته و لایه فوم را دور بیندازید. ۰/۱ mL حلال بازجذب به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره نمونه برداری را پوشش دهد، کالیبراسیون را انجام دهید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری به دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنالیت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم آنالیت). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه نمونه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیندازید. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب به حال خود رها کنید. محلول های فوق را جداسازی کرده و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده ترسیم کنید. سه نمونه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده، برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ارائه شده، تنظیم کرده و و سپس ۱ 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) جاذب شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت را بر حسب $C \text{ (mg/m}^3\text{)}$ ، در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر $V \text{ (L)}$ به صورت زیر محاسبه می شود؛

$$C \text{ (mg/m}^3\text{)} = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}$$

ارزیابی روش

تلاش اولیه برای پیشرفت روش، S79 (2-methoxyethanol)، S361 (2-ethoxyethanol) و S76 (2-butoxyethanol) در ۱۹۷۵، ۱۹۷۸ و ۱۹۷۵ به ترتیب، و بطور معتبر با استفاده از نمونه های هوای ۵۰، ۶، و ۱۰ لیتری تولید شده توسط سرنگ کالیبره شده تهیه گردیده است. ثبات وضعیت نگهداری این الکل ها مشخص نشده است.

تلاشها برای توسعه روش فعلی:

شماره ۳ این روش به روزسانی و اصلاح شده است. پیشرفت و اصلاح در این روش، شامل؛ استفاده از کروماتوگرافی با ستون های مویینه، مقادیر پایین LOD / LOQ بوده است.

ارزیابی آزمایشگاهی فعلی آنالیت ها که در این روش ذکر شده، شامل استفاده از ستون های مویینه کروماتوگرافی، بهبود مقادیر پایین LOD / LOQ، مطالعه ۵ سطح از کارایی جذب، در مقادیر کمتر و بررسی پایداری نمونه برای ۷ و ۱۴ و ۳۰ روز می باشد.

میانگین DE برای 2-methoxyethanol به ترتیب ۹۷٫۸٪ (RSD = 1.0)، برای 2-ethoxyethanol ۱۰۰٫۲٪ (RSD = 1.2) و برای 2-butoxyethanol ۹۹٫۹٪ (RSD = 1.3) می‌باشد.

متوسط نگهداری ۳۰ روزه برای 2-methoxyethanol 103.8% (RSD = 1.4)، 2-ethoxyethanol 82.6% (RSD = 1.4) و برای 2-butoxyethanol 105.0% (RSD = 1.6) برابر REL ۰/۵ و می‌باشد.

صحت و دقت اطلاعات ذکر شده در جدول ۲ با استفاده از داده‌های نمونه برداری و آنالیز براساس روش فعلی برورسانی شده است.

منابع

- [1] NIOSH [1994]. Alcohols IV: Method 140 3, revised by George Williamson. In: Eller PM, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th rev. ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [2] NIOSH [1977]. 2-Butoxyethanol: Method S76, and 2-Methoxyethanol: Method S79. In: Taylor DG, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 77-157-B.
- [3] NIOSH [1979]. 2-Ethoxyethanol: Method S361. In: Taylor DG, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 79-141.
- [4] OSHA [1990]. Method 79. Salt Lake City, UT: Occupational Safety and Health Administration: Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Analytical Laboratory.
- [5] OSHA [1990]. Occupational Safety and Health Administration: Method 83. Salt Lake City, UT: Organic Methods Evaluation Branch, OSHA Analytical Laboratory.
- [6] NIOSH Recommendations for Occupational Safety and Health, U.S. Department of Health and Human Services, (NIOSH) Publ. 92-100 (January 1992).
- [7] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S76 and S79, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [8] Backup Data, S361, available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 6," Order No. PB288-629 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [9] NIOSH Research Report, Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133 (1980).
- [10] Pendergrass SM [1998]. Backup Data Report for Alcohols IV Method Development Effort, NIOSH/ARDB/ACS, January.
- [11] NIOSH [1990]. User Check, DataChem Laboratories, NIOSH Sequence #6960-J,K (unpublished, August 15).

جدول ۱- حدود مواجهه و مشخصات فیزیکی

Compound	OSHA (ppm)	NIOSH (ppm)	ACGIH (ppm)	mg/m ³ = 1ppm @ NTP	MW	BP (°C)	Density @ 20°C (g/mL)	VP @ 20°C, KPa (mm Hg)
2-methoxyethanol	25 (skin)	0.1 (skin)	5 (skin)	3.16	76.09	124	0.966	0.8 (6)
2-ethoxyethanol	200 (skin)	0.5 (skin)	5 (skin)	3.75	90.12	135	0.931	0.5 (4)
2-butoxyethanol	50 (skin)	5 (skin)	25 (skin)	4.91	118.17	171	0.902	0.11 (0.8)

	شماره روش: ۱۰۰۰ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
آلیل کلرید ALLYL CHLORIDE	
CAS: 107-05-1 RTECS : UC7350000	فرمول شیمیایی: CH₂=CHCH₂Cl وزن مولکولی: ۷۶/۵۳
مترادف‌ها: ۳-کلرو-۱-پروپن، ۱-کلرو-۲-پروپن ویژگی‌ها: مایع، چگالی g/mL ۰/۹۳۸ در دمای °C ۲۰، نقطه جوش °C ۴۵، نقطه انجماد °C ۱۳۵-، فشار بخار kPA ۳۹/۳ (۲۹۵ mmHg) در دمای °C ۲۵، محدوده انفجار ۳/۳ تا ۱۱/۱٪ حجمی هوا ارزیابی: کامل	
حدود مجاز NIOSH : ۱ ppm OSHA : ۱ ppm (STEL 2 ppm) ACGIH : 1 ppm (STEL 2 ppm)؛ (1 ppm = 3.13 mg/m³ @ NTP)	
سنجش روش سنجش: دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: کلرید آلیل محلول بازجذب: ۱ میلی لیتر بنزن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ µL دمای تزریق: °C ۱۸۵-۲۰۰ دمای آشکارساز: °C ۲۵۰ دمای ستون: °C ۱۶۰-۲۰۰ گاز حامل: نیتروژن ۳۰ mL/min ستون: استیل زنگ زن، با ابعاد 1.2 m × 6mm، پروپاک Q یا معادل آن با مش ۵۰/۸۰ کالیبراسیون: محلول‌های استاندارد کلرید آلیل در بنزن حد تشخیص: ۰/۰۱ میلی گرم در نمونه گستره سنجش: ۰/۰۵ تا ۱/۵ میلی گرم در نمونه دقت (S_r): ۰/۰۲۳	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال، پوست نارگیل (۵۰/۱۰۰ mg) دبی: ۰/۰۱ - ۰/۱۱ L/min حداقل حجم: ۱۶ لیتر حداکثر حجم: ۱۰۰ لیتر حمل و نقل: معمولی پایداری نمونه: حداقل ۶ هفته نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر مجموعه
احتیاط‌های ویژه بنزن یک ماده مشکوک به سرطانزا در انسان می‌باشد؛ کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود.	صحت محدوده مطالعه: mg/m³ ۱/۸ تا ۷/۲ (۱۰۰ لیتر- نمونه) تورش: ۶/۴٪

دقت کلی ($\overline{S_{RT}}$): ۰/۰۷۱ صحت: $\pm ۱۶/۶\%$	
کاربرد محدوده کاربرد ppm ۱۶/۰ تا ۳ (۵/۰ تا ۱۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۱۰۰ لیتر نمونه هوا مناسب می باشد. این روش برای نمونه برداری کوتاه مدت با دبی ۱ لیتر در دقیقه قابل استفاده می باشد. حد بالای نمونه برداری به غلظت آلایل کلرید و دیگر مواد موجود در هوا از جمله بخار آب بستگی دارد.	
مداخله گرها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است.	
روش های دیگر این روش تغییر روش ۱۱۶S می باشد.	
تجهیزات - نمونه بردار؛ لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی mm ۴؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی با شد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (قسمت جلویی: mg ۱۰۰، قسمت عقبی: mg ۵۰) بوده که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده باشد. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa کمتر باشد. لوله ها بطور تجاری در بازار موجود می باشد. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف؛ مجهز به آشکارساز شعله ای-یونی و ثبت کننده نمودار و ستون - ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های ۱۰ میکرولیتری، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی - بنزن - آلیل کلراید - هگزان؛ دارای خلوص آزمایشگاهی - محلول استوک کالبراسیون؛ $\mu\text{g}/\mu\text{l}$ ۷/۵ - ۷۵ میلی گرم (۸۰ میکرولیتر در دمای ۲۰ درجه سانتیگراد) آلیل کلراید را با ۱۰ میلی لیتر هگزان رقیق نمایید. - نیتروژن؛ خالص - هیدروژن؛ خالص - هوا
نمونه برداری پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل نمایید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۰۱ - ۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱۶ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۱ mL از بنزن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن ها را تکان دهید.	
کالبراسیون و کنترل کیفیت روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۱ تا ۱/۵ میلی گرم آلیل کلراید را در هر نمونه پوشش می دهد کالیبره کنید. مقدار مشخصی از آلیل کلراید را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با بنزن به حجم برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل	

۱ و ۱۲ نمونه برداری). منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم اکسید پروپیلن). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، 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 (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. محلول‌های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول‌های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۱۲ اندازه گیری). نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم اکسید پروپیلن بازیافت شده ترسیم کنید. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با بنزن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد؛ احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

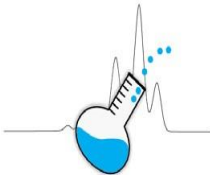
مقدار غلظت بر حسب C (mg/m^3) را براساس آنالیت موجود در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر V (L) محاسبه نمایید.

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V} \text{ mg}/\text{m}^3$$

منابع

[۱] Documentation of the NIOSH Validation Tests, NIOSH, S116, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).

[۲] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2, S116, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

	شماره روش: ۲۰۰۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۵ شماره ۲: ۱۵/اوت/۱۹۹۴	آمین‌های آروماتیک AMINES, AROMATIC
فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱		RTECS: جدول شماره ۲ CAS: جدول شماره ۲
اسامی مترادف: (۱) آنیلین، بنزآمین، آمینوبنزن، فیل آمین (۲) اورتو-تولوئیدین، ۲-آمینوتولوئن (۳) ۲،۴-گزیدین، ۲،۴-دی متیل آنیلین، دی متیل آمینو بنزن (۴) آن،ان-دی متیل-پارا-تولیئیدین، پارا-دی متیل آمینو تولوئن (۵) آن،ان-دی متیل آنیلین، آن،ان-دی متیل بنزن آمین ویژگی‌ها: جدول شماره ۱ ارزیابی: کامل (۱ تا ۳)، جزئی (۴ و ۵)		
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۲ NIOSH: جدول شماره ۲ ACGIH: جدول شماره ۲		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات آمین لیست شده در بالا محلول بازجذب: ۱ میلی لیتر الکل اتانول ۹۵ درصد، قرار گیری در حمام اولتراسونیک حجم تزریق: ۵ μL گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم با دبی ۲۵ میلی لیتر در دقیقه ستون: ستون استیلی، با قطر خارجی ۰/۶ متر در طول ۳ میلی متر، پر شده با کروموزورب ۱۰۳ با مش ۸۰/۱۰۰ کالیبراسیون: محلول استاندارد آنالیت‌های ۹۵ درصد اتانول محدوده کالیبراسیون: ۱/۰ تا ۳ میلی گرم برای هر نمونه دمای تزریق: ۱۷۰°C	نمونه‌برداری نمونه‌برداری: لوله جاذب جامد سیلیکاژل با مش ۱۵۰/۷۵ میلی گرم دبی: جدول شماره ۲ حداقل حجم: جدول شماره ۲ حداکثر حجم: جدول شماره ۲ روش انتقال نمونه: معمول پایداری نمونه: در مورد ترکیبات (۱)، (۲) و (۳) به مدت بیش از ۷ روز ماندگار هستند. در مورد ترکیبات ۴ و ۵ داده موجود نمی باشد. نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه‌برداری	

دمای آشکارساز: 10.5°C گاز حامل: نیتروژن با دبی ۵۰ میلی لیتر در دقیقه حد تشخیص برآورد شده: ۰/۰۱ برای هر نمونه (برای گروه شماره ۲)، برای گروه ۳ محاسبه نشده است. دقت ($\overline{S_T}$): به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید.	
احتیاط‌های ویژه ان-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. آنیلین، اورتوتولوئیدین، ۲،۴-کولیدین و بنزن مفلون به سرطان زا هستند [۷،۸]. جذب از طریق پوست دارای خطر بالقوه ای است. هر نوع کار با این مواد شیمیایی باید در یک هود انجام شود. از لباس های محافظ مناسب از جمله دستکش استفاده شود. آنالیت‌های آن (۱)، (۲)، (۳) و (۵) سمی شدید هستند.	صحت محدوده مطالعه: به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید. تورش: به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید. دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید. صحت: به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید.
کاربرد برای محدوده های کاری به جدول شماره ۲ مراجعه کنید. اصلاح این روش برای آنیلین و اورتو-تولوئیدین در یک کارخانه تولید لاستیک ولکانیزه بکار رفته است [۲]. کاربرد این روش برای تعیین همزمان آنالیت‌ها در این راستا مورد بررسی قرار نگرفته است. یک حسگر نیتروژن خاص GC به جای دتکتور FID به میزان قابل توجهی حساسیت را افزایش می دهد.	
مداخله گرها گزارش نشده است. ژل سیلیکا ظرفیت ترکیبات آلی را در رطوبت بالا کاهش می دهد.	
روش های دیگر این روش ترکیبی از روش های S162 گزلین، S164 دی متیل آنیلین، S168 اورتو-تولوئیدین، S310 آنیلین، P&CAM 280 ان، ان-دی متیل -پارا-تولوئیدین، و P&CAM 168 آمین های حلقوی می باشد.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ سانتی متر، قطر خارجی ۶ میلی متر و قطر داخلی ۴ میلی متر با درپوش پلاستیکی. حاوی دو بخش ژل سیلیکا با مش ۴۰/۲۰ که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است (بخش جلویی: ۱۵۰ mg، بخش عقبی: ۷۵ mg). در خصوص ان-ان-دی متیل -پارا-تولوئیدین برای قسمت جلو از ۱۰۰ میلی گرم و قسمت پشتی از ۵۰ میلی گرم می تواند استفاده شود. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار عبوری از لوله در دبی 1 L/min باید از $3/4 \text{ kPa}$ کمتر باشد. لوله ها بصورت تجاری در بازار موجود می باشد. ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1 - 0.2 \text{ L/min}$، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	مواد شیمیایی مصرفی • اتانول، ۹۵ درصد، با کیفیت کروماتوگرافی • ان-هگزان • بنزن • آنالیت‌ها، درجه معرف ۵. محلول استوک کالیبراسیون آنیلین، ۱۰۲/۲ میلی گرم در میلی لیتر، ۱ میلی لیتر آنیلین را در ۲ میلی لیتر بنزن حل کنید. با هگزان رقیق کنید و حجم آنرا به ۱۰ میلی لیتر برسانید. توجه: برای جلوگیری از تماس فرد آزمایش کننده و جهت به حداقل رساندن مواجهه آن با مواد سرطان زا می توان به جای بنزن از تولوئن، الکل یا استون استفاده نمود. اثرات این جایگزینی شناخته شده نیست و باید مورد آزمایش قرار گیرد.

۳. دستگاه گاز کروماتوگرافی، با آشکارساز FID.	۶. کالیبراسیون با محلول استوک اورتو-تولوئیدین، ۱۰۰/۶ میلی گرم در میلی لیتر. ۱ میلی لیتر او-تولوئیدین را با آن-هگزان رقیق کنید و حجم آنرا به ۱۰ میلی لیتر برسانید.
۴. ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش سرامیکی PTFE	۷. محلول استوک کالیبراسیون ۴،۲-گزیلیدین، ۹۷/۸ میلی گرم در میلی لیتر. ۱ میلی لیتر ۴،۲-گزیلیدین را با آن-هگزان رقیق کنید و حجم آنرا به ۱۰ میلی لیتر برسانید.
۵. سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری	۸. محلول استوک کالیبراسیون آن-ان-دی متیل-پارا-تولیئیدین، ۹۳/۵ میلی گرم در میلی لیتر. ۱ میلی لیتر آن-ان-دی متیل-پارا-تولوئیدین را با آن-هگزان رقیق کنید و حجم آنرا به ۱۰ میلی لیتر برسانید.
۶. پیپت های ۱ و ۲ میلی لیتری	۹. محلول استوک کالیبراسیون آن-ان-دی متیل آنیلین، ۹۵/۶ میلی گرم در میلی لیتر. ۱ میلی لیتر آن-ان-دی متیل آنیلین را با آن-هگزان رقیق کنید و حجم آنرا به ۱۰ میلی لیتر برسانید.
۷. حمام اولتراسونیک	۱۰. هیدروژن از پیش خالص شده
۸. فایل	۱۱. هلیوم خالص شده
۹. پنس	۱۲. نیتروژن خالص شده
۱۰. فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری	۱۳. هوای فیلتر شده تحت فشار

نمونه برداری

پمپ نمونه بردار فردی را کالیبره کنید.

قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را فوراً بشکنید و نمونه بردار را توسط یک لوله انعطاف پذیر رابط به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

در یک سرعت جریان دقیق مطابق جدول شماره ۳ تا رسیدن به حجم نمونه کل نمونه برداری کنید.

درپوش نمونه بردار را بگذارید. با رعایت احتیاط نمونه را حمل نمایید.

آماده سازی نمونه

بخش های جلویی و عقبی لوله جاذب حاوی نمونه را در ویال جداگانه قرار دهید. پشم شیشه ی مربوط به قسمت جلوی جاذب را به ویال اضافه کنید. فوم ها را دور بریزید.

به هر ویال یک میلی لیتر اتانول ۹۵٪ اضافه کنید. درپوش سرامیکی هر از ویال را بگذارید.

در یک حمام اولتراسونیک به مدت یک ساعت تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل شش نمونه استاندارد کاربردی در رنج ۰/۰۱ تا ۳ میلی گرم آنالیت در هر نمونه را کالیبره کنید.

الف. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون یا رقیق شده آن در آن-هگزان را با اتانول ۹۵ درصد در فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید و سپس آن را رقیق نموده و به حجم برسانید.

ب. استانداردهای کاربردی را همراه با نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در مقایسه با میلی گرم آنالیت).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر قسمت از ژل سیلیکا مورد استفاده در نمونه برداری در محدوده کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی به همراه سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش پشتی جاذب نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.

ب. مقدار معینی (۱ تا ۲۰ میکرو لیتر) از محلول استوک کالیبراسیون یا رقیق شده آن در هگزان را بطور مستقیم به داخل بخش جلویی جاذب با یک سرنگ میکرولیتر تزریق کنید.

ج. درپوش لوله را گذاشته و اجازه دهید یک شب بماند.

د. محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۷-۵) و به همراه محلول‌های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲).

و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده را ترسیم کنید.

سه نمونه اسپایک کنترل و شاهد و سه نمونه اسپایک آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را مطابق توصیه‌های سازنده و تحت شرایط ذکر شده در صفحه اول روش تنظیم کنید. سپس نمونه را به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
از شرایط زیر به عنوان راهنما استفاده کنید:

ترکیب			دما (درجه سانتیگراد)
تزریق	ستون	آشکارساز	
۲۳۰	۱۶۵	۲۴۵	آنیلین
۲۴۰	۱۸۰	۲۶۵	اورتو-تولوئیدین
۲۳۰	۱۷۰	۲۳۵	۴،۲-گزلیدین
۲۵۰	۱۸۰	۲۵۰	ان،ان-دی میتل-پارا-تولیدین
۱۵۰	۱۰۰ درجه برای ۴ دقیقه،	۲۵۰	ان،ان-دی میتل آنیلین
۲۵۰ درجه، سپس ۸ درجه سانتی گراد به			
ازای هر دقیقه تا رسیدن به دمای ۲۲۵			
افزایش دهید.			

نکته: در صورتیکه سطح پیک بالاتر از محدوده خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با محلول ۹۵ درصد اتانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات اعمال کنید.
مساحت قله یا ارتفاع پیک را در هر کروماتوگرام اندازه‌گیری نمایید.

محاسبات

جرم را برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب نمونه، و میانگین بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال نشت و از دست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت آنالیت (C) را بر حسب (mg/m^3)، در حجم هوای نمونه‌برداری شده (V) برحسب لیتر محاسبه کنید.

$$C(mg/m^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

دقت، تورش و انحرافات و بازیابی ها که در زیر آورده شده است، با آنالیز اتم های تولید شده حاوی نصف، یک و دو برابر استاندارد OSHA تعیین می شود [۱]. غلظت تولید شده به طور مستقل تایید شد. پس از نمونه برداری از یک اتمسفر خشک، شکست بخش جلویی لوله سیلیکاژل مشاهده نشد. سه آنالیت اول در سیلیکاژل به مدت حداقل یک هفته پایدار بودند. روش S164 با استفاده از جمع آوری روی زغال فعال نیز برای N-، N-dimethylaniline توسعه داده شد [۳].

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.
- [2] UBTL, Inc., Sequence #2300-S, Aniline (May 15, 1980), and Sequence #2551-M, o-Toluidine (August 28, 1980) (NIOSH, unpublished).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 3, S162, S164, S168, S310, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [4] Ibid., Vol. 4, P&CAM 280, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175 (1978).
- [5] Ibid., Vol. 1, P&CAM 168, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).
- NIOSH Manual of Analytical Methods (NMAM), Fourth Edition, 8/15/94 AMINES, AROMATIC: METHOD 2002, Issue 2, dated 15 August 1994 - Page 5 of 6
- [6] Campbell, E. E., G. O. Wood and R. G. Anderson. Los Alamos Scientific Laboratory Progress Reports LA-5104-PR, LA-5164-PR, LA-5308-PR, LA-5389-PR, LA-5484-PR and LA-5634-PR, Los Alamos, NM (November, 1972; January, 1973; June, 1973; August, 1973; December, 1973; and June, 1974).
- [7] Registry of Toxic Effects of Chemical Substances, 1979 eds., Vols. 1 and 2, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-111 (1980).
- [8] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, Aniline and o-Toluidine, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

جدول ۱- مشخصات فیزیکی و حدود مجاز مواجهه

آلاینده	ترک آلاینده	گستره ترک آلاینده (میلی گرم در مترمکعب حجمی)	تورش (درصد)	دقت کلی (S_{rT})	صحت (درصد)	محدوده سنجش (میلی گرم)	دقت (S_r)	راندمان واجذب (Desorption) (efficiency)
آنیلین	$44/4 <$	۳۸	۹/۴-۵	۰/۰۶	$\pm 15/1$	۰/۲-۰/۸۲	۰/۰۱۳	۰/۹۸-۱
اورتو-تولوئیدین	$221/3 <$	۴۷	۹/۴۶-۱۱/۷	۰/۰۶	± 12	۰/۵۵-۲/۲	۰/۰۳۲	۰/۹۷-۰/۹۸۳
۴،۲-گزیلیدین	$44/4 <$	۵۰	۵۰-۱۲/۵	۰/۰۵۷	$\pm 11/2$	۱/۰۱-۰/۲۵	۰/۰۲۱	۰/۹۵۹-۱/۰۱۵
ان،ان-دی میتل - پارا-تولیدین	*	*	۳۰-۹/۴	*	*	۰/۴۷	۰/۰۳۵	۰/۸۸
ان،ان-دی میتل آنیلین	*	*	*	۰/۰۹	± 16	۳-۰/۰۵	*	۰/۹۹۷ (۱/۹ میلی گرم نمونه ها)

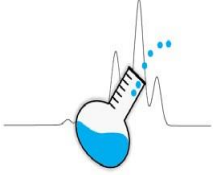
جدول ۲- اطلاعات عمومی

TABLE 2. GENERAL INFORMATION.					
Substance	CAS	RTECS	Exposure Limits (ppm)		
			OSHA	NIOSH	ACGIH
Aniline	62-53-3	BW6650000	5 (skin)	lowest feasible (carcinogen)	2 (skin)
<i>o</i> -Toluidine	95-53-4	XU2975000	5 (skin)	lowest feasible (carcinogen; skin)	2 (skin) (carcinogen)
2,4-Xylidine	1300-73-8	ZE8575000	5 (skin)	2 (skin)	0.5 (skin)
N,N-Dimethyl- <i>p</i> -toluidine	99-97-8	XU5803000	----	----	----
N,N-Dimethylaniline	121-69-7	BX4275000	5 (skin)	5 TWA; 10 STEL (skin)	5 TWA; 10 STEL (skin)

جدول ۳- دبی و حجم نمونه برداری

Substance	SAMPLING			
	Flow Rate (L/min)	Volume (L)		Working Range (mg/m ³)
		MIN	MAX	
Aniline	0.02 - 0.2	5	30	5 - 60 (20-L samples)
<i>o</i> -Toluidine	0.02 - 1.0	10	150	5 - 60 (55-L samples)
2,4-Xylidine	0.02 - 0.2	3	20	3 - 75 (20-L samples)
N,N-Dimethyl- <i>p</i> -toluidine	0.02 - 1.0	*	*	9 - 30 (100-L samples)
N,N-Dimethylaniline	0.02 - 1.0	3	30	1.3 - 79 (38-L samples)

*Not determined.

	شماره روش: ۲۰۰۷ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۵ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
ترکیبات اتانول آمین AMINOETHANOL COMPOUNDS I	
RTECS: جدول شماره ۱ CAS: جدول شماره ۱	فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱
اسامی مترادف: ۲-آمینو اتانول، ۲-هیدروکسی اتیل آمین، ۲-دی بوتیل آمینو اتانول، DBAE، ۲-دی اتیل آمینو اتانول، ۲-هیدروکسی تری اتیل آمین خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی	
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱	
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات بالا حلال جدا سازی: ۲ میلی لیتر با نسبت حجمی ۴:۱ متانول، آب، به مدت ۲ ساعت همراه با تکان دادن گاه به گاه حجم تزریق: ۳ میکرولیتر دمای تزریق: ۱۵۰°C دمای آشکار ساز: ۲۵۰°C دمای ستون: ۹۰°C به مدت ۳ دقیقه، تا ۲۲۵-۹۰°C به صورت ۱۶ درجه در هر دقیقه، سپس به مدت ۶ دقیقه در این دما نگهدارید. گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ۳۰ میلی لیتر در دقیقه ستون: شیشه سیلانزه شده، با قطر داخلی ۲ میلی متر و طول ۸۱/۸ متر، کریوواکس ۲۰ مولار ۱۰ درصد + پتاسیم هیدروکسید ۲ درصد بر روی Chromosorb WAW با مش ۸۰/۱۰۰ کالیبرا سیون: محلول های آنالیت در متانول: آب با نسبت ۴:۱ حاوی HCl ۰/۱۲ نرمالیت	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، سیلیکاژل با مش ۳۰۰/۱۵۰ میلی گرم دبی: ۰/۰۱ تا ۰/۲ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه برداری: ۴ لیتر حداکثر حجم نمونه برداری: ۲۴ لیتر اصلاح میدانی: ۲۰ میکرو لیتر اسید کلریدریک غلیظ به سیلیکاژل بلافاصله بعد از نمونه برداری اضافه نمایید. روش انتقال نمونه: معمول پایداری نمونه: حداقل ۴ هفته در ۲۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد میدانی برای هر نمونه برداری
کاربرد محدوده ی کاری ۵ تا ۳۰۰ میلی گرم بر متر مکعب برای هر ترکیب در یک نمونه هوا ۲۰ لیتری است. بخار آب تاثیر قابل توجهی بر راندمان جمع آوری نمی گذارد. حساسیت ممکن است حداقل ده برابر با استفاده از یک آشکار ساز فوتوایونیزاسیون یا نیتروژن انتخابی بهبود یابد.	

مداخله گر ها

هیچ مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی یا شرایط جداسازی می تواند تغییر کند تا از مشکلات تداخل جلوگیری شود. ستون موبینه DB-5 پر شده از سیلیس می تواند مورد استفاده قرار گیرد.

روش های دیگر

این روش اصلاحیه های [4] S140 ، [3] P&CAM 270 و روش ۲۰۰۷ (تاریخ ۸۵/۱۵/۵) است.

احتیاط های ویژه	صحت
آنالیت ها چشم ها را تحریک می کنند [5]. از تماس با پوست یا استنشاق اسید کلریدریک غلیظ پرهیز کنید.	محدوده مطالعه: به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید. تورش: ۲/۹- درصد دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): ۰/۰۵۶ [2] صحت: ۱۲/۱ ±

۱. تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
۲. نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۸ mm و قطر داخلی ۶ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش سیلیکاژل با مش ۴۵/۶۰ (قسمت جلویی: ۳۰۰ mg، قسمت عقبی: ۱۵۰ mg) که توسط یک لایه پشم شیشه از هم جدا شده است. یک لایه پلی اتیلن از پشم شیشه در هر طرف لوله قرار دارد. افت فشار در لوله باید در دبی ۰/۲ لیتر در دقیقه کمتر از ۳/۲ کیلو پاسکال باشد. لوله ها بصورت تجاری در دسترس هستند. از لوله های نمونه برداری ساخته شده با قطعات فلزی یا فوم اورتان استفاده نکنید. HCl با این مواد واکنش نشان خواهد داد.	۱. حلال: چهار قسمت متانول با یک قسمت آب مقطر (نسبت حجمی/ حجمی). نکته: از آب دیونیزه شده چون ممکن است حاوی فرمالدئید باشد استفاده نکنید. ۲. آنالیت با خلوص آزمایشگاهی ۳. محلول قلیایی: هیدروکسید سدیم ۰/۲ نرمال (۸ گرم NaOH بر لیتر) در حلال ۴. اسید کلریدریک غلیظ، (38%, 12 N) مورد نیاز برای استفاده در محیط ۵. HCl، ۰/۱۲ نرمال، در حلال. برای ساخت محلول یک لیتری، ۱۰ میلی لیتر HCl غلیظ را با استفاده از حلال رقیق کنید. ۶. بنزوالدئید ۷. محلول استوک کالیراسیون، 10 mg/mL؛ در اسید کلریدریک ۰/۱۲ نرمال در حلال برای هر آنالیت ۸. نیتروژن یا هلیوم خالص ۹. کاغذ pH سنج ۱۰. هیدروژن پیش تصفیه شده ۱۱. هوای تصفیه شده ۱۲. پشم شیشه ۱۳. محلول اشباع شده هیدروکسید پتاسیم
۳. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۴. سرنگ ۵۰ میکرولیتری برای تزریق HCl، با پیمانه شیشه ای، با درپوش پیچ دار و سوزن داخلی PTFE یا پلاتینیوم ۵. دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکار ساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ۶. مقدار کمی پشم شیشه ای در KOH اشباع شده خیس کنید. پشم شیشه را بطور آزاد در مسیر جریان هوای خشک بگذارید. ۷. ویال های شیشه ای نمونه گیر ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ۸. سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و با درجه بندی ۱ میلی لیتری ۹. بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ۱۰. میکروپیپت ۱۰ تا ۱۰۰ میکرو لیتری	

نمونه برداری:

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ برای نمونه های کل با حجم ۴ تا ۲۴ لیتر انجام دهید.

نکته: اگر نمونه ها بلافاصله تخلیه شوند یا در کمتر از ۱۴ روز در یک فریزر نگهداری شوند، مرحله بعدی ممکن است حذف شود.

بلافاصله پس از نمونه برداری، نمونه ها را با اضافه کردن دقیقاً ۲۰ میکرولیتر HCl غلیظ به هر قسمت سیلیکاژل در هر نمونه با استفاده از یک سرنگ، تثبیت کنید.

نکته: مقدار HCl اضافه شده باید با دقت اندازه گیری شود زیرا نمونه ممکن است (مرحله ۹) برای کروماتوگرافی مناسب خنثی یا قلیایی گردد.

نکته: ناخالصی های آهن در سیلیکاژل پس از افزودن اسید به زرد رنگ می شوند.

درپوش نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای پشم شیشه بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید.

2 mL حلال را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: اگر پس از نمونه برداری، HCl به سیلیکاژل افزوده نشد، نمونه ها را در ۲ میلی لیتر HCl ۰/۱۲ نرمال در محلول باز جذب نمایید. اسید باعث افزایش بازدهی می شود.

ویال ها را به مدت ۲ ساعت رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

۰/۵ میلی لیتر از هر نمونه را به یک بطری دیگر انتقال دهید. ۰/۵ میلی لیتر محلول قلیایی را اضافه کرده و درپوش را ببندید. کاملاً مخلوط کنید.

pH محلول را با کاغذ pH سنج بررسی کنید. اگر pH محلول اضافه شده کمتر از ۹ باشد محلول قلیایی تا رسیدن به pH برابر ۹ اضافه نمایید.

اگر ۲- آمینواتانول وجود داشته باشد، مرحله ۹ را با ۰/۵ میلی لیتر محلول دیگر تکرار کنید. ۱۰ میلی لیتر بنزوالدئید را به محلول پایه اضافه کنید، کاملاً مخلوط کنید و ۲۰ دقیقه بگذارید بماند.

نکته: بنزو آلدئید ۲- آمینواتانول را به ۲- بنزیلیدین آمینواتانول مشتق می کند که دارای وزن مولکولی بالاتر بوده و موجب کاهش حد تشخیص گاز کروماتوگرافی می گردد. اگر اندازه نمونه بزرگ باشد، می توان با استفاده از این روش ۲- آمینواتانول مشتق نشده را تعیین کرد.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

حداقل شش نمونه استاندارد کاربردی روزانه در رنج ۰/۰۵ تا ۶ میلی گرم آنالیت در هر نمونه را کالیبره کنید.

الف. مقدار مشخصی از محلول استاندارد یا آنالیت را به HCl ۰/۱۲ نرمال در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

ب. استانداردهای کاری که بر پایه بنزو آلدئید می باشد در صورت نیاز کنترل نمایید (مراحل ۹ و ۱۰).

ج. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۴ و ۱۵).

د. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آنالیت).

راندمان باز جذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۸ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی نمونه شاهد را حذف و دور بیاندازد.

- ب. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون یا آنالیت را توسط یک سرنگ میکرولیتری مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- ج. مقدار ۲۰ میکرولیتر اسید کلردریک غلیظ اضافه نمایید.
- د. درپوش ویال را بسته و به آن به مدت یک شب استراحت دهید.
- و. محلول‌های فوق را بازجذب کرده (مراحل ۶-۱۰ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۴ و ۱۵).
- ه. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده ترسیم کنید.
- سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گازکروماتوگراف را مطابق توصیه های 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.

نکته ۱: برنامه دمایی تمامی ترکیبات را جدا می سازد. شرایط ستون ایزوترمال به ترتیب ۲۲۵، ۱۵۰ و ۹۰ درجه سانتیگراد برای ۲-آمین اتانول، ۲-دیوتیلی آمین اتانول و ۲-دی اتیل آمینو اتانول می باشد. ستون به سرعت در دمای ۲۲۵ درجه تجزیه می شود؛ زمان کار را حداقل در نزدیکی این دما نگه دارید.

نکته ۲: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته ۳: هنگام استفاده از یک سیستم ستون مویرگی، از پورت تزریقی پوشش داده شده با KOH جهت بهبود شکل پیک آمین استفاده نمایید. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

محاسبه غلظت (C) آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

NOTE: $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

ارزیابی روش

تمام ترکیبات تحت روش P & CAM 270 با استفاده از کمترین بستر سیلیکاژل (جلو = ۱۵۰ میلی گرم، عقب = ۱۵۰ میلی گرم) نسبت به داده های بالا مورد ارزیابی قرار گرفتند. کارایی جذب برای ۰/۱ میلی گرم آنالیت برای ۲-آمین اتانول ۰/۹۷، برای ۲-دی اتیل آمینو اتانول ۰/۸۵ و برای ۲-دی بوتیل آمینو اتانول ۰/۹۳ بدست آمده است. تنها ۲-دی اتیل آمینو اتانول تحت روش S140 با استفاده از لوله جذب پیشنهاد شده مورد بررسی قرار گرفت. در همه موارد، تست های آزمایشگاهی با نمونه های اسپایک و هوای تولید شده انجام شد. تمام آنالیت ها در ۴ هفته پس از تثبیت با اسید، در سیلیکال ژل پایدار بودند. نتایج حاصل شد.

روش S140 [4] در تاریخ ۱۹ ژانویه ۱۹۷۹ ارائه شد و در دامنه ۲۵ تا ۱۱۳ میلی گرم در مترمکعب در ۲۳ درجه سانتیگراد و ۷۶۲ میلی متر جیوه با استفاده از نمونه های ۲۴ لیتری تأیید شد. در آزمایشگاه مهندسی ساحلی جمع آوری با سیلیکاژل با مش ۶۰/۴۰ متوسط بود. متوسط بازدهی ۹۷/۱ درصد بود که نشان دهنده یک بی ثباتی غیر قابل توجه است. غلظت ۲-دی اتیل آمینو اتانول به طور مستقل با استفاده از لوله های مید جت حاوی ۱۵ میلی لیتر HCl دو درصد تأیید شد. بازده تفکیکی ۰/۹۶۴ در محدوده ۰/۶ تا ۲/۳ میلیگرم در هر نمونه بود. دستیابی به موفقیت (۵٪) در

بخش پستی) پس از ۵/۳ ساعت پس از نمونه گیری از اتمسفر حاوی ۸۸ میلیگرم بر مترمکعب ۲-دی اتیل آمینو اتانول در ۰/۲ لیتر بر دقیقه در رطوبت نسبی ۸۲٪ بدست آمد.

منابع

- [1] Wood, G. O. and J. W. Nickols. Development of Air-Monitoring Techniques Using Solid Sorbents, October 1, 1976 - December 31, 1977, Progress Report LA-7295-PR, Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos, NM, NIOSH IA-77-12 (1978).
- [2] Backup Data Report No. S140, prepared under NIOSH Contract 210-76-0123 (NIOSH, unpublished, 1979); Report on NIOSH Sequence #5162 (unpublished, April 2, 1986).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 4, P&CAM 270, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 78-175 (1978)
- [4] Ibid., Vol. 5, S140, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 79-141(1979). [5] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, Diethylaminoethanol and Ethanolamine, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington, DC20402
- [6] Wood, G. O., R. G. Anderson and J. W. Nickols. Sampling and Analysis of Aminoethanols in Air, Report LA-UR 77-1398, Industrial Hygiene Group, Los Alamos Scientific Laboratory, Los Alamos, NM (1977) (presented at the 1977 American Industrial Hygiene Conference, May 1977, New Orleans, LA).
- [7] NIOSH Research Report - Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133 (1980).

جدول ۱- فرمول های ساختاری، وزن مولکولی، حدود مجاز و مشخصات

Compound	CAS RTECS	Formula	MW	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	OSHA NIOSH ACGIH (ppm)	BP (°C)	VP @ 20 °C	Density (g/mL @ 20 °C)
2-aminoethanol	141-43-5 KJ5775000	HOCH ₂ CH ₂ NH ₂	61.08	2.50	3 TWA 3 TWA; 6 STEL 3 TWA; 6 STEL	171	48 kPa (470 ppm)	1.0180
2-dibutylamino-ethanol	102-81-8 KK3850000	(C ₄ H ₉) ₂ N(CH ₂) ₂ OH	173.30	7.09	no standard 2 TWA (skin) 2 TWA (skin)	228	not available	0.859
2-diethylamino-ethanol	100-37-8 KK5075000	(C ₂ H ₅) ₂ N(CH ₂) ₂ OH	117.19	4.79	10 TWA (skin) 10 TWA (skin) 10 TWA (skin)	163	130 kPa (1300 ppm)	0.8921

	شماره روش: ۱۰۰۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
بتا-کلروپرن β-CHLOROPRENE	
CAS: ۱۲۶-۹۹-۸ RTECS : EI9625000	فرمول شیمیایی: CH2=CClCH=CH2 وزن مولکولی: ۸۸/۵۴
اسامی مترادف: کلروپن، کلرو بوتادین، ۲-کلرو ۳،۱-بوتادین خصوصیات: مایع، دانسیته ۰/۹۵۸ در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۵۴/۹ درجه سانتی گراد، نقطه جوش ۱۳۰ درجه سانتی گراد، فشار بخار ۲۵ کیلوپاسکال در ۲۰ درجه سانتی گراد (188 mm Hg; 25% v/v)، محدوده انفجار ۴ تا ۲۰٪ درصد حجمی در هوا ارزیابی: کامل	
حدود مجاز OSHA: 25 ppm (skin) NIOSH: C 1 ppm/15 min; carcinogen ACGIH: 10 ppm (skin) (1 ppm = 3.62 mg/m 3 , NTP)	
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگراف مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: کلروپرن محلول باز جذب: 1 mL دی سولفیدکربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱ تا ۲ μL بدون وقفه دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکارساز: ۲۸۰ °C دمای ستون: ۲،۳۵ °C، افزایش ۱۵ درجه سانتی گراد در هر دقیقه تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد و سپس ۵ دقیقه در این دما نگه داشته شود. گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ۳-۱ میلی لیتر در دقیقه گاز پاک کننده: نیتروژن ۳۰ میلی لیتر در دقیقه ستون: موئین پر شده DB-1، با قطر داخلی ۰/۲۵ میلی متر و طول ۳۰ متر و فیلم با ضخامت ۱ میکرومتر کالیبراسیون: محلول های استاندارد کلروپرن در دی سولفیدکربن و هگزان مراجع	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۵۰/۱۰۰ میلی گرم دبی: ۰/۱ - ۰/۰۱ لیتر بر دقیقه حداقل حجم: ۱/۵ لیتر در ۲۵ پی پی ام حداکثر حجم: ۸ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: حداقل ۸ روز در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری
احتیاط های ویژه دی سولفیدکربن ماده سمی و قابل اشتعال می باشد. کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود. کلروپرن در تماس با اکسیدکننده ها ناسازگار بوده و ممکن است در مجاورت گرما سبب ایجاد پلیمریزاسیون و ترکیدگی ظروف گردد. کلروپرن به پلاستیک، لاستیک و پوشش ها آسیب می	صحت محدوده مطالعه: ۴۴ تا ۱۷۴ میلی گرم بر متر مکعب (۳ لیتر نمونه) تورش: ۱/۱ - درصد دقت کلی ($\overline{S_{RT}}$): ۰/۰۷۱ [2]

رساند. این اکسیداسیون سریعاً در صفر درجه یک پراکسید ناپایدار ایجاد می کند (ترکیب ۱،۲ کوپلیمر و ۱،۴-کوپلیمر با اکسیژن) که واکنش که پلیمریزاسیون گرمازا را کاتالیز می کند. بنابراین بلافاصله بعد از تقطیر در ۱۵ درجه نگهداری شود.	صحت: ۱۳/۹ ±
کاربرد محدوده کاربرد ۱۰ تا ۶۰ پی پی ام (۴۰ تا ۲۰۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۳ لیتر نمونه هوا می باشد. روش به اندازه کافی جهت غلظت های کم ۱۲ پی پی ام در ۱۵ دقیقه در دبی ۰/۲ لیتر در دقیقه حساس می باشد.	
مداخله گرها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است.	
روش های دیگر این روش تغییر فرمت یافته ۱۱۲S با گاز کروماتوگرافی می باشد.	
تجهیزات ۱. نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و درپوش پلاستیکی حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه سانتی گراد) (بخش جلویی: ۱۰۰ mg، بخش عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa کمتر باشد. لوله ها بصورت تجاری در بازار موجود می باشد. ۲. پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۱ - ۰/۱۰ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۳. دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ۴. دستگاه تقطیر میکرو جهت تقطیر خلاء از کلروپرن ۵. ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ۶. سرنگ های ۱۰ میکرو لیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرو لیتری ۷. بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ۸. پیپت ۱ میلی لیتری با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتر	مواد شیمیایی مصرفی ۱. دی سولفید کربن، با کیفیت کروماتوگرافی ۲. کلروپرن که به تازگی از گزین استخراج شده است. ۳. ان پنتان؛ خالص ۴. ان هگزان، خالص ۵. محلول استوک کالیراسیون ۴۷/۹ mg/mL. ۰/۵ میلی لیتر (۴۷۹/۰ میلی گرم در ۲۰ درجه سانتی گراد) کلروپرن تازه استخراج شده با پیپت روی پنتان ریخته و به حجم ۱۰ میلی برسانید. یک روز در دمای ۱۵ درجه نگهداری کنید. ۶. نیتروژن، خالص شده ۷. هیدروژن از پیش تصفیه شده ۸. هوای تصفیه شده
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ - ۰/۱۰ L/min برای عبور حجم هوای ۸ تا ۱/۵ لیتر انجام دهید. ۴. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال بسته بندی کنید.	

آماده سازی نمونه

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
 ۶. ۱ mL از دی سولفید کربن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
 ۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید. سپس در ویال تمیز خالی نمایید.
- نکته:** نمونه ها در مجاورت زغال فعال ناپایدار بوده و در طی چند ساعت نمونه ها ازدست می روند.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. حداقل شش نمونه استاندارد کاربردی روزانه در رنج ۰/۰۳ تا ۰/۵ میلی گرم آنالیت در هر نمونه را کالیبره کنید.
- الف. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری ریخته با دی سولفید کربن به حجم برسانید.
- ب. محلول های استاندارد تهیه شده و نمونه های شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).
- ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم کلروپرن).
۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- الف. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان بازجذب را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- د. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- و. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم کلروپرن بازیافت شده ترسیم کنید.
۱۰. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.
- نکته:** اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفید کربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.
۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) جاذب نمونه، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) شاهد را محاسبه کنید.
- اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال نشت و ازدست دادن نمونه وجود دارد.
۱۴. غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، کلروپرن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

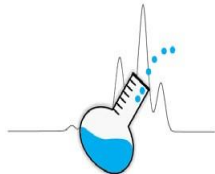
$$C(mg/m^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

منابع

- [1] Criteria for a Recommended Standard-Occupational Exposure to Chloroprene, Appendices I and III, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-210 (1977).
- [2] NIOSH Backup Data Report, S112, prepared under NIOSH Contract 210-76-0123, available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 1," Order No. PB 271-712 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [3] Grote, A. Sequence 7239 and 7316 Reports, DPSE/MRSB internal reports (unpublished) (1991).

[4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2, S112, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

[5] NIOSH Research Report-Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133 (1980).

	دی کلرودی فلئورومتان DICHLORODIFLUOROMETHANE	شماره روش: ۱۰۱۸ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/آگوست/1987 شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
CAS: ۷۵-۷۱-۸ RTECS :PA8200000	فرمول شیمیایی: CCl₂F₂ وزن مولکولی: ۱۲۰/۹۱	
اسامی مترادف: دی فلورو دی کلرو متان ، گاز مبرد ۱۲ خصوصیات: گاز، دانسیته ۱/۳۵ در ۲۱/۱ درجه سانتی گراد نقطه جوش: °C ۲۹/۸-، نقطه ذوب: °C ۱۵۸-، غیر قابل اشتعال ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA : ۱۰۰۰ ppm NIOSH: ۱۰۰۰ ppm ACGIH: ۱۰۰۰ ppm (1 ppm = 4.95 mg/m³ in NTP)		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: دی کلرودی فلورو متان محلول باز جذب: ۲۰ میلی لیتر متیلن کلراید حجم تزریق: ۱μL دمای تزریق: °C ۲۰۰ دمای آشکارساز: °C ۲۶۰ دمای ستون: °C ۳۵، ۳ دقیقه، افزایش ۱۵ درجه سانتی گراد در هر دقیقه تا درجه سانتی گراد تا ۷۵ درجه و سپس به مدت ۶ دقیقه در این دما نگه داشته شود. گاز حامل: هلیوم ۱/۵ میلی لیتر در دقیقه ستون: موئین پر شده DB-1 ، با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر و فیلم با ضخامت ۱ میکرومتر کالیبراسیون: محلول استاندارد آنالیت در متیلن کلراید دامنه: ۵ تا ۳۰ میلی گرم در نمونه LOD برآورد شده: ۰/۰۳ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۳۵ تا ۷/۷۴ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: دو لوله جاذب جامد بطور سری، (زغال پوست نارگیل هر کدام با مش ۴۰۰/۲۰۰ و ۱۰۰/۵۰ میلی گرم) دبی: ۰/۰۱ تا ۰/۰۵ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه برداری: ۱ لیتر در ۱۰۰۰ ppm حداکثر حجم نمونه برداری: ۴ لیتر اصلاح میدانی: ۲۰ میکرو لیتر اسید کلریدریک غلیظ به سیلیکاژل بلافاصله بعد از نمونه برداری اضافه نمایید. روش انتقال نمونه: منجمد ماندگاری نمونه: حداقل ۷ روز نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه متیلن کلراید، باعث تحریک کنندگی می‌شود، می‌تواند از طریق پوست جذب شود و یک سرطان زا مشکوک است. نمونه‌ها را در زیر هود آماده کنید.	صحت محدوده مطالعه: 2940 mg/m^3 تا 10500 تورش: $1/8$ % دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): 0.63 % صحت: $12/8$ % $\pm$
کاربرد محدوده کاری ۱۰۰۰ تا ۶۰۰۰ پی پی ام (۵۰۰۰ تا ۳۰۰۰۰ میلی گرم در مترمکعب) دی کلرو دی فلورومتان؛ ۷۰۰ تا ۵۷۰۰ پی پی ام برای ۱-۲ دی کلرو تترافلورومتان (۵۰۰۰ تا ۴۰۰۰۰ میلی گرم در مترمکعب)؛ ۳۰۰ تا ۴۰۰۰ پی پی ام برای دی کلرو دی فلورومتان (۱۰۰۰ تا ۱۴۰۰۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۱ لیتر نمونه هوا می‌باشد. این روش ابتدا جهت ارزیابی دی کلرو دی فلورومتان و ۱-۲ دی کلرو تترافلورومتان با ستون سربسته گاز کروماتوگرافی استفاده گردید. این روش اخیراً به طور خاص برای کروماتوگرافی کلرودی فلورومتان مورد بررسی قرار گرفت. شرایط GC برای جداسازی این سه ترکیب ایجاد گردید.	
مداخله‌گرها هیچ مداخله‌گری شناسایی نشده است.	
روش‌های دیگر این روش ترکیب و تغییر فرمت یافته ۱۱۱S و ۱۰۸S می‌باشد.	
۱۳. تجهیزات ۱. نمونه‌بردار، دو لوله شیشه‌ای، با طول ۹ cm، قطر خارجی mm و قطر داخلی mm ۶؛ و طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی mm ۴ که با یک لوله کوچک به هم بطور سری متصل گشته و انتهای آنها با شعله بسته شده و در پوش پلاستیکی دارند و حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (بخش جلویی: ۴۰۰ به mg ۲۰۰، بخش عقبی: ۱۰۰ به mg ۵۰) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa کمتر باشد. لوله‌ها بصورت تجاری در بازار موجود می‌باشد. ۲. پمپ نمونه‌برداری فردی بادبی L/min ۰/۵ - ۰/۱، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف ۳. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ۴. بطری ۲۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ۵. سرنگ‌های عایق گاز ۱۰ میکرولیتری و سائزهای دیگر در صورت نیاز ۶. پیپت‌های ۲۰ میلی لیتر نوع TD	مواد شیمیایی مصرفی ۱. کلرودی فلورومتان ۹۹ % ۲. دی کلرو دی فلورومتان ۹۹ % ۳. ۱-۲ دی کلرو تترافلورومتان ۹۹ % ۴. متیلن کلراید ریخته شده در شیشه ۵. نیتروژن، خالص ۶. هیدروژن ۷. هوای فشرده، فیلترشده ۸. هلیوم خالص

۷. شیشه یا پلاستیکی T به همراه یک درپوش به منظور جلوگیری از ورود آنالایزر به جریان نیتروژن، سپتوم را فراهم می کند	
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف جاذب جامد را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله پلاستیکی به یکدیگر و توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۵/۰ - ۱۰/۰ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۴ لیتر انجام دهید. ۴. لوله های جاذب را جدا کرده و درپوش هر کدام را گذاشته و آنها را جهت انتقال بطور مطمئن در ظرف عایق و کیسه های یخ قرار دهید.	
آماده سازی نمونه نکته: نمونه ها را اگر امکان آنالیز فوری وجود ندارد در دمای ۱۰- درجه سانتی گراد نگهداری نمایید. ۵. ۲۰ میلی لیتر متیلن کلراید به یک سری از ویال ها بریزید. ۶. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله جاذب جلویی را در یک ویال حاوی حلال قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. درپوش بطری را فوراً ببندید و بطری را به آرامی تکان دهید. در مدت ۶ ساعت آنالیز را انجام دهید. ۷. مرحله ۶ را برای لوله جاذب عقبی نیز انجام دهید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفیت ۸. حداقل شش نمونه استاندارد کاربردی روزانه کالیبره کنید. الف. ۲۰ میلی لیتر متیلن کلراید را در یک سری از بطری ها با پیپت تزریق کنید درپوش بطری ها در جایشان قرار دهید. ب. با استفاده از سرنگ، مقدار معینی از آنالیت، برای مثال ۰,۰۱ تا ۰,۰۳۴ میلی متر (۰,۰۳۴ تا ۰,۲۱ میلی گرم در شرایط NTP) کلرو دی فلورومتان، یا ۰,۰۱ تا ۰,۰۹۴ mL (۰,۰۹۴ تا ۰,۲۹۶ mg در شرایط NTP)، دی کلرودی فلورومتان یا ۰,۰۱ تا ۰,۰۶۹۹ mL (۰,۰۶۹۹ تا ۰,۴۱۹ mg در شرایط NTP) دی کلرو تترافلورواتان به آرامی بدون ایجاد حباب در متیلن کلراید تزریق نموده بطری را به آرامی تکان بدهید. ج. محلول های استاندارد تهیه شده و نمونه های شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری). د. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آنالیت). ۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. الف. با استفاده از یک سرنگ گاز، یک مقدار معین آنالیت (۰/۰۱ تا ۰/۰۶ میلی لیتر) را از طریق سپتوم دستگاه DE به جریان نیتروژن (حدود ۲۰ mL/min) که آنالیت را از لوله جاذب بزرگتر (با مش ۴۰۰/۲۰۰ میلی گرم) حمل می کند تزریق کنید و اجازه دهید نیتروژن به مدت ۳۰ ثانیه جریان داشته باشد. ب. درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب استراحت بدهید. ج. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). د. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازجذب ترسیم کنید. ۱۰. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.	

سنجش

۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب رقت مناسب در محاسبات وارد کنید.
۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.
- نکته: ترتیب شستشو کلرودی فلئورومتان، دی کلرودی فلئورومتان، ۱،۲ - تترافلئورواتان است. در صورت تجزیه و تحلیل برای دو یا چند ترکیب، نرخ دما ۵ درجه سانتیگراد در دقیقه مورد نیاز است.

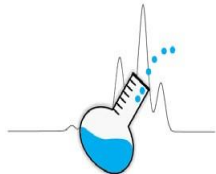
محاسبات

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله جاذب نمونه، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال نشت و ازدست دادن نمونه وجود دارد.
۱۴. غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

منابع

- [1] Backup Data Reports S111 (Dichlorodifluoromethane) and S108 (Dichlorotetrafluoroethane), prepared under NIOSH Contract 210-76-0123, available as "Ten NIOSH Analytical Methods, Set 1," Order No. PB 271-712, from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S111 and S108, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [3] Seymour, M.J., M.F. Lucas. Evaluation of Sampling and Analytical Methods for the Determination of Chlorodifluoromethane in Air, Am. Ind. Hyg. Assoc. J., (accepted for publication July 1992)
- [4] NIOSH Current Intelligence Bulletin 46, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 86-114 (1986).
- [5] NIOSH Research Report-Development and Validation of Methods for Sampling and Analysis of Workplace Toxic Substances, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 80-133 (1980).

	شماره روش: ۱۰۱۷ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/آگوست/1987	تری فلئورو برومومتان TRIFLUOROBROMOMETHANE
CAS: ۷۵-۶۳-۸ RTECS :PA5425000	فرمول شیمیایی: CBrF₃ وزن مولکولی: ۱۴۸/۹۲	
اسامی مترادف: بروموتری فلورومتان، گاز مبرد B₁ ۱۳ خصوصیات: گاز . دانسیته بخار: ۵ (air = 1) ، نقطه جوش: ۵۷.۸ °C - نقطه ذوب: ۱۶۸ °C - ، غیر قابل اشتعال ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA : ۱۰۰۰ ppm NIOSH: ۱۰۰۰ ppm ACGIH: ۱۰۰۰ ppm (1 ppm = 6.09 mg/m³ in NTP)		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: تری فلورو برومومتان محلول باز جذب: ۵ mL متیلن کلراید به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ µL دمای تزریق: ۱۷۰ °C دمای آشکارساز: ۱۰۵ °C دمای ستون: ۲۳۰ °C گاز حامل: نیتروژن ۵۰ میلی لیتر در دقیقه ستون: فولاد ضد زنگ ، با قطر خارجی ۶ میلی متر و طول ۱/۲ متر پر شده با پروپاک Q با مش ۵۰/۸۰ کالیبراسیون: محلول استاندارد آنالیت در متیلن کلراید دامنه: ۵/۱۸ تا ۱۸ میلی گرم در نمونه حد تشخیص (LOD) برآورد شده: ۰/۰۵ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۳۸ تا ۳ در ۱۲ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: دو لوله جاذب جامد بطور سری، (زغال فعال پوست نارگیل هر کدام با مش ۴۰۰/۲۰۰ و ۱۰۰/۵۰ میلی گرم) دبی: ۰/۰۱ تا ۰/۰۵ لیتر بر دقیقه حداقل حجم نمونه برداری: ۰/۱ لیتر در ۱۰۰۰ ppm حداکثر حجم: ۱ لیتر روش انتقال نمونه: جدا کردن لوله عقبی و جلویی و قراردادن در یخ خشک ماندگاری نمونه: تعیین نشده نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه متیلن کلراید یک ماده سرطان زای مشکوک است و به مونوکسید کربن، که یک گاز سمی است، متابولیزه می شود [۳].	صحت محدوده مطالعه: ۲۸۹۰ mg/m³ تا ۱۱۵۰۰ (۱ لیتر نمونه) تورش: ۲/۹ % دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): ۰/۰۶۵ صحت: ۱۳/۴۶ ± %	

کاربرد

محدوده کاری ۸۰ تا ۳۰۰ پی پی ام (۵۰۰ تا ۱۸۰۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۱ لیتر نمونه هوا می باشد.

مداخله گر ها

هیچ مداخله ای شناسایی نشده است.

روش های دیگر

این روش تغییر فرمت یافته ۱۲۵S می باشد.

تجهیزات

- نمونه بردار، دو لوله شیشه ای، با طول های ۹ cm، قطر خارجی mm ۸ و قطر داخلی mm ۶؛ و طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی ۴ mm که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (بخش جلویی: ۲۰۰+۴۰۰ میلی گرم، بخش عقبی: ۵۰+۱۰۰ میلی گرم) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۱ kPa کمتر باشد. لوله ها بطور تجاری در بازار موجود می باشد.
- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۵ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون
- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- پیپت ۵ میلی لیتری
- تجهیزات راندمان بازدهی. لوله شیشه ای که ۲۰۰ میلی لیتر در دقیقه با رابط T شکل جریان دارد و لوله خروجی را با استفاده از حرارت بسته و به نمونه آزمایشی وصل کنید.

مواد شیمیایی مصرفی

- متیلن کلراید، با خلوص کروماتوگرافی
- تری فلورو برومو متان
- نیتروژن، خالص شده
- هیدروژن
- هوای فشرده، فیلتر شده

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف جاذب جامد را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله پلاستیکی به یکدیگر و توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۵ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۱ لیتر انجام دهید. دو لوله جاذب را جدا کرده درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) هر کدام را گذاشته و آنها را جهت انتقال بطور مطمئن بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

۵ میلی لیتر CH_2Cl_2 سرد را به یک سری ویال بریزید.

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله جاذب جلویی را در یک ویال قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. بلافاصله ویال را ببندید. به طور مشابه قسمت های جاذب جلو و عقب لوله نمونه بردار پشتی را در یک ویال جداگانه قرار دهید. این مرحله را برای لوله جاذب عقبی نیز انجام دهید. اجازه دهید ۳۰ دقیقه با تکان دادن گاه به گاهی استراحت کند. در مدت ۶ ساعت آنالیز را انجام دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۵ استاندارد کاربردی کالیبره کنید.

الف. مقدار مشخصی از گاز تری فلوئوروبرومومتان را با یک سرنگ به ۵ میلی لیتر CH_2Cl_2 در فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری با حباب زدن آهسته گاز درون مایع با نوک سوزن سرنگ در نزدیکی قسمت پایین فلاسک حجمی اضافه کنید. آن را تا حجم مشخص رقیق کنید. در صورت نیاز از رقیق کننده برای به دست آوردن غلظت تری فلوئوروبرومومتان در محدوده ۰/۱ تا ۳/۶ میلی گرم بر میلی لیتر استفاده کنید.

ب. نمونه های اصلی و شاهد را آنالیز کنید. (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم تری فلوئوروبرومومتان).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ جاذب مورد استفاده برای نمونه برداری در محدوده مورد نظر تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. یک لوله زغال فعال بزرگ (با مش ۴۰۰ میلی گرم به ۲۰۰ میلی گرم) را به خروجی دستگاه DE وصل کنید. جریان نیتروژن با دبی ۲۰۰ میلی لیتر در دقیقه را از طریق دستگاه DE به داخل لوله زغال فعال برقرار کنید. مقدار مشخصی از (۰/۱ تا ۳ میلی لیتر؛ ۰/۵ تا ۱۸ میلی گرم در شرایط NTP) گاز تری فلوئوروبرومومتان را به سپتوم تزریق کنید. اجازه دهید جریان نیتروژن به مدت ۲۰ ثانیه ادامه یابد.

ب. درپوش لوله را بسته و اجازه دهید یک شب در دمای ۱۰- درجه سانتیگراد بماند.

ج. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).

د. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازجذب ترسیم کنید.

سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

کروماتوگراف گازی را با توجه به توصیه های سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا تنظیم کنید. نمونه را به صورت دستی با استفاده روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

نکته: اگر مساحت اوج بالاتر از محدوده خطی استانداردهای کاری است، یک مقدار مایع جذب شده را با CH_2Cl_2 رقیق کنید و ضریب رقت مناسب را در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد، احتمال نشت و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان تری فلوئوروبرومومتان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

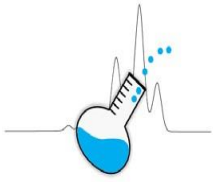
$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

منابع

[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S125, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as Stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S125, U.S. Department of Health Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

[3] NIOSH Current Intelligence Bulletin 46, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 86-114 (1986).

	شماره روش: ۱۴۵۰ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۳: ۱۵/مارس/۲۰۰۳	استرهای نوع ۱ ESTERS 1
CAS: جدول شماره ۱ RTECS: جدول شماره ۱	فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱	
ترکیبات: n-آمیل استات، ۲-اتوکسی اتیل استات، n-پروپیل استات، ۱-بوتیل استات، متیل ایزو آمیل استات، سک-بوتیل استات، ایزوبوتیل استات، n-بوتیل استات، ایزوآمیل استات اسامی مترادف: جدول شماره ۱ خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات بالا حلال جداسازی: 1 mL دی سولفید کربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱ µL دمای تزریق: ۲۰۰ تا ۲۲۵ درجه سانتی گراد دمای آشکار ساز: ۲۵۰ تا ۳۰۰ درجه سانتی گراد دمای ستون: ۵۰°C به مدت ۲ دقیقه، سپس تا ۱۱۰ درجه با نرخ ۵ درجه در هر دقیقه افزایش می یابد و در ۱۱۰ درجه به مدت ۳ دقیقه نگه داشته می شود. گاز حامل: هلیوم با دبی ۴ mL/min ستون: موئین پر شده با سیلیکا با قطر داخلی ۰/۳۲ میلیمتر و طول ۳۰ متر و با فیلم به ضخامت ۰/۵ میکرومتر DB-Wax یا معادل آن کالیبراسیون: محلول های آنالیت در دی سولفید کربن محدوده تشخیص: به بخش ارزیابی مراجعه شود. دقت ($\overline{S_r}$): به بخش ارزیابی روش مراجعه شود.	روش نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۱ لیتر حداکثر حجم نمونه برداری: ۱۰ لیتر روش انتقال نمونه: منجمد ماندگاری نمونه: به بخش ارزیابی روش مراجعه گردد. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه	صحت محدوده مطالعه: ۰/۵ تا ۲ برابر OSHA PEL	

دی سولفید کربن ماده ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال وانفجار می باشد(نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود. از وسایل حفاظت فردی مناسب استفاده نمایید.	تورش: به بخش ارزیابی روش مراجعه شود. دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): به بخش ارزیابی روش مراجعه شود. صحت: به بخش ارزیابی روش مراجعه شود.
کاربرد این روش می تواند برای تجزیه و تحلیل همزمان تمام آنالیت ها استفاده شود. رطوبت بالا به طور قابل توجهی ظرفیت نمونه و حجم نشی را کاهش می دهد.	
مداخله گرها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است.	
روش های دیگر روش NMAM ۱۴۵۰، شماره ۳ یک روش تحلیلی به روز شده است. این روش ابتدا NMAM شماره ۲ روش های ۳۱S، ۳۲S، ۳۵S، ۳۷S، ۴۱S، ۴۴S از طریق ۴۸S و ۵۱S را با هم ترکیب و جایگزین کرد LOD محدوده تشخیص برای هر آنالیت تقریباً ۱۰ برابر کمتر از روش های قبلی است.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی دارد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (قسمت جلویی: mg ۱۰۰، قسمت عقبی: mg ۵۰) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار در لوله ها در دبی نمونه برداری ۱ لیتر در دقیقه باید کمتر از ۳/۴ kPa باشد. لوله ها بصورت تجاری در بازار موجود می باشد. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - بسته های یخ - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون موئین - ویال های شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های ۲۵، ۱۰ و ۵۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتر - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری - پیپت ۱ میلی لیتری با pipet bulb یا repipet	مواد شیمیایی مصرفی • حلال واجذب: دی سولفید کربن با کیفیت گاز کروماتوگرافی با ۰/۰۵٪ حجمی آن هگزان یا سایر استانداردهای داخلی • آنالیت با خلوص آزمایشگاهی • هلیوم خالص • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوای فشرده، فیلتر شده

نمونه برداری

پمپ نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.1$ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به همراه کیسه های یخ با دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های شیشه ای جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۱ mL از حلال را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید. نکته: راندمان واجذب ۲- اتوکسی اتیل استات با زمان ماند حلال جاذب در زغال فعال کاهش می یابد. بعد ۳۰ دقیقه قسمت رویی حلال ۲- اتوکسی اتیل استات را به یک ویال ۲ میلی تمیز منتقل و درب آن را ببندید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه حداقل شش نمونه استاندارد کاربردی در رنج 0.01 تا 10 میلی گرم میلی گرم آنالیت در هر نمونه را کالیبره کنید. الف. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری ریخته با دی سولفید کربن به حجم 10 میلی لیتر برسانید. ب. محلول های استاندارد تهیه شده و نمونه های شاهد را با هم آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری). ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم کلروپرن). راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. الف. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیندازید. ب. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. ج. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید. د. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). و. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت باز یافت شده ترسیم کنید. سه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفید کربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید. نسبت مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید.

محاسبات

جرم برحسب میکروگرم (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و از دست دادن نمونه و نشت به بخش عقبی لوله جاذب وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش قبلی:

روش اصلی جهت S31 (سک آمیلو استات) S47 (n بوتیل استات) S46 (n بوتیل استات)، S32 (تی اتیل استات)، S41 (۲-اتوکسی استات، S35 (اتیل اکریلات)، S45 (ایزو آمیل استات)، S44 (ایزوبوتیل استات)، S37 (متیل ایزو آمیل استات) S48 (n پروپیل استات)، در ۶ دسامبر ۱۹۷۴ منتشر شده است به استثنای S51 (n آمیل استات) که در ۱۷ ژانویه ۱۹۷۵ منتشر گردیده است نمونه های هر ترکیب از ۱۰ لیتر هوای خشک با استفاده از درایو سرنگ کالیبره شده گرفته شد. راندمان جمع آوری در هوای مرطوب و ثبات ذخیره سازی نمونه آزمایش نشده است. برای بررسی دقت اندازه گیری و راندمان بازجذب نمونه های اسپایک (Spike) مورد استفاده قرار گرفت.

روش فعلی:

روش ها برای استرها (n آمیل استات، ۲-اتوکسی اتیل استات، n پروپیل استات، متیل ایزو آمیل استات، سک بوتیل استات، ایزوبوتیل استات، n بوتیل استات، ایزوآمیل استات) با استفاده از لوله های جاذب Anasorb CSC sorbent tubes (Lot 2000) مورد ارزیابی قرار گرفتند راندمان بازجذب و دقت در جدول شماره ۲ نشان داده شده است.

منابع

- [1] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests. U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185.
- [2] UTBL [1983]. UTBL user check, NIOSH Sequence #4121-N (unpublished), November 15.
- [3] NIOSH [1977]. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V.2., U.S. Department of Health, Education and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B.
- [4] Corelson D [1988]. Menlo Park, CA., SRI. Personal communication with NIOSH.
- [5] Yoon YH, Perkins JB, Reynolds JM [2002]. Back-up Data Report for Esters 1, DataChem Laboratories, Inc. under NIOSH contracts CDC-200-95-2955 and CDC 200-2001-08000

جدول ۱- اطلاعات عمومی

Compound, Formula and RTECS	Synonyms	M.W.	OSHA/NIOSH/ACGIH, ppm	BP, °C	VP @ 20 °C, kPa (mm Hg)	Liquid Density, g/mL @ 20 °C
n-amyl acetate <chem>CH3COO(CH2)4CH3</chem> ; C ₇ H ₁₄ O ₂ AJ1925000	acetic acid 1-pentanol ester; CAS #628-63-7	130.18	TWA (STEL) 100/100/100	149	0.5(4)	0.876
sec-amyl acetate <chem>CH3COOCH(CH3)(CH2)3CH3</chem> ; C ₇ H ₁₄ O ₂ AJ2100000	acetic acid 2-pentanol ester; CAS #626-38-0	130.18	125/125/125	134	0.9(7)	0.866
n-butyl acetate <chem>CH3COO(CH2)3CH3</chem> ; C ₆ H ₁₂ O ₂ AF7350000	acetic acid butyl ester; CAS #123-86-4	116.16	150/150(200)/150(200)	126	1.3(10)	0.883
sec-butyl acetate <chem>CH3COOCH(CH3)CH2CH3</chem> ; C ₆ H ₁₂ O ₂ AF7380000	acetic acid 1-methyl propyl ester; CAS #105-46-4	116.16	200/200/200	112	1.3(10)	0.865
t-butyl acetate <chem>CH3COOC(CH3)3</chem> ; C ₆ H ₁₂ O ₂ AF7400000	acetic acid 1, 1-dimethylethyl ester; CAS #540-88-5	116.16	200/200/200	98	not available	0.867
2-ethoxyethyl acetate <chem>CH3COO(CH2)2OCH2CH3</chem> ; C ₆ H ₁₂ O ₃ KK8225000	Cellosolve acetate; acetic acid ethylene glycol monoethyl ether ester; CAS #111-15-9	132.16	100 ^a /0.5 ^a /5 ^a	156	0.3(2)	0.973
ethyl acrylate <chem>CH2=CHCOOCH2CH3</chem> ; C ₅ H ₈ O ₂ AT0700000	2-propenoic acid ethyl ester; CAS #140-88-5	100.11	25 ^a /4 LOQ ^b /5 ^{ab} (15 ppm)	99	3.9(30)	0.923
isoamyl acetate <chem>CH3COO(CH2)2CH(CH3)2</chem> ; C ₇ H ₁₄ O ₂ NS9800000	acetic acid 3-methyl-1-butanol ester; CAS #123-92-2	130.18	100/100/100	142	0.5(4)	0.876
isobutyl acetate <chem>CH3COOCH2CH(CH3)2</chem> ; C ₆ H ₁₂ O ₂ AI4025000	acetic acid isobutyl ester; CAS #110-19-0	116.16	150/150/150	117	1.7(13)	0.871
methyl isoamyl acetate <chem>CH3COOCH(CH3)CH2CH(CH3)2</chem> ; C ₈ H ₁₆ O ₂ SA7525000	acetic acid 4-methyl-2-pentanol ester; 1,3-dimethyl butyl acetate; "sec-hexyl acetate;" CAS #108- 84-9	144.22	50/50/50	146	0.5(3.8)	0.858
n-propyl acetate <chem>CH3COO(CH2)2CH3</chem> ; C ₅ H ₁₀ O ₂ AJ3675000	acetic acid n-propyl ester; CAS #109-60-4	102.13	200/200 (250)/200 (250)	102	3.3(25)	0.890

^a Skin

^b Carcinogen

جدول ۲- ارزیابی روش‌ها

Compound	Overall Method					Analytical Method				Storage Stability Study	
	Range (mg/m ³)	Accuracy	Breakthrough ¹ at 2 x OSHA PEL (<)	Bias (%)	S _{RT}	Range Studied (µg/sample)	LOD (µg/sample)	Average DE	Measurement Precision (S _i)	Levels (µg/sample)	Recovery (%)
n-amyl acetate	208-871	0.163	34.2 L	0.3	0.0831	14-440	0.9	0.96	0.0072	140	98
n-butyl acetate	352-1475	0.136	20.5 L	0.3	0.0691	15-440	0.9	0.96	0.0087	140	98
sec-butyl acetate	478-2005	0.116	16.5 L	-2.4	0.0539	14-440	0.9	0.97	0.0062	140	98
t-butyl acetate	424-1780	0.234	14.3 L	-8.6	0.0897	14-430	0.9	0.98	0.0052	140	98
2-ethoxyethyl acetate	262-1100	0.203	34.6 L	-9.6	0.0648	16-340	1	0.82	0.020	160	96
ethyl acrylate	50-210	0.162	>45 L	-7.1	0.0550	31-300	2	0.86	0.015	150	90
isoamyl acetate	208-874	0.195	32.3 L	-7.1	0.0750	14-430	0.9	0.97	0.0066	140	98
isobutyl acetate	306-1280	0.133	21.5 L	1.8	0.0656	14-440	0.9	0.97	0.0084	140	98
methyl isoamyl acetate	143-601	0.126	>45 L	-2.6	0.0590	14-280	0.9	0.81	0.015	140	95
n-propyl acetate	384-1610	0.162	17.9 L	6.9	0.0566	15-450	0.9	0.95	0.0091	140	98

¹The values for these categories were taken from the original methods validation, see ref [1].

	شماره روش: ۱۵۰۰ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/آگوست/۱۹۹۰ شماره ۳: ۱۵/مارس/۲۰۰۳	هیدروکربن ها HYDROCARBONS, BP 36°-216 °C
فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱		CAS: جدول شماره ۱ RTECS: جدول شماره ۱
ترکیبات: سیکلو هگزان، سیکلو هگزن، آن دکان، آن دودکان، آن هپتان، آن هگزان، متیل سیکلو هگزان، آن نونان، آن اکتان، آن پنتان، آن آندکان (اسامی مترادف در جدول شماره ۱) خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: هیدروکربن های لیست شده در بالا حلال جداسازی: 1 mL دی سولفید کربن، مدت: 30 min حجم تزریق: 1 µL دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکار ساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: ۳۵ °C به مدت ۸ دقیقه، تا ۲۳۰ درجه به مدت ۱ دقیقه با نرخ (۷/۵ °C/min) گاز حامل: هلیوم (1mL/min) ستون: موئین، پر شده با سیلیکا، با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر و فیلم دی متیل پلی سیلوکسان با ضخامت 3µm کالیبراسیون: محلول های آنالیت در دی سولفید کربن دامنه: جدول شماره ۴ حد تشخیص برآورد شده: جدول شماره ۴ دقت ($\overline{S_r}$): جدول شماره ۴	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل و حداکثر حجم نمونه برداری: جدول شماره ۳ روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: حدود ۳۰ روز در ۵ درجه سانتیگراد نمونه شاهد: ۱۰٪ نمونه ها	

احتیاط‌های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (نقطه اشتعال برابر با 30°C -). حتما در زیر هود با آن کار کنید.	صحت محدوده مطالعه: جدول شماره ۳ تورش: جدول شماره ۳ دقت کلی ($\overline{SD_{PT}}$): جدول شماره ۳ صحت: جدول شماره ۳
کاربرد این روش ممکن است برای اندازه‌گیری‌های همزمان استفاده شود. با این حال، فعل و انفعالات بین آنالیت ممکن است حجم نشت و نفوذ و بازیافت را کاهش و تغییر دهد.	
مداخله‌گرها در رطوبت بالا حجم نفوذ ممکن است کاهش یابد. دیگر حلال‌های آلی فرار مانند الکل‌ها، کتون‌ها، اترها و هیدروکربن‌های هالوژنی تداخل بالقوه‌ای دارند.	
روش‌های دیگر این روش یک بروزرسانی برای NMAM ۱۵۰۰ در تاریخ ۱۵ اوت ۱۹۹۴ است که بر اساس روش‌های نسخه دوم کتابچه راهنمای روش‌های تحلیلی S28 NIOSH سیکلوهگزان، S82 سیکلوهگزن، S9 هپتان، S90 هگزان، S94 متیل سیکلوهگزان؛ S387 اکتان؛ و S379 پنتان منتشر شده است.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در 600°C (بخش جلویی: ۱۰۰ mg، بخش عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند. - پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱ (جدول شماره ۳)، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون - شیشه‌های ویال نمونه گیر خودکار ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - پیپت ۱ میلی لیتری با pipet bulb - سرنگ‌های کوچک ۱۰، ۲۵، ۱۰۰ و ۲۵۰ میکرولیتری - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • کربن دی سولفید*، بنزن با غلظت پایین* با خلوص کروماتوگرافی • آنالیت خالص • هلیوم از پیش خالص شده و فیلتر شده • هیدروژن پیش تصفیه شده و فیلتر شده • هوای پیش تصفیه شده و فیلتر شده *احتیاطات ویژه را در نظر بگیرید.

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.1$ L/min (0.1 تا 0.5 لیتر بر دقیقه در مورد n-پنتان) برای رسیدن به حجم کل نمونه در جدول شماره ۳ ادامه دهید.

درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی زیر حد آشکارسازی ($LOD=0.6$) تا ۱۰ برابر حد کمی سازی ($LOQ=110$) را پوشش دهد کالیبره نمایید. استانداردهای بیشتری شاید جهت منحنی نیاز باشد.

الف. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در فلاسک ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم آنالیت).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.

الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

ب. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیاندازید.

ج. مقدار مشخصی از محلول مادر (۵ تا ۲۵ میکرو لیتر) را توسط سرنگ میکرو لیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید.

د. لوله ها را جهت متعادل شدن چند دقیقه رها کرده و سپس درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید.

و. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).

نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آنالیت ترسیم کنید.

سه شاهد و سه نمونه آنالیت spike شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس ۱ میکرو لیتر 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

زمان ماندگاری تقریبی (دقیقه)	آنالیت
۷/۵	n-pentane
۹/۶	solvent (CS ₂)
۱۳	n-hexane
۱۶/۱	cyclohexane
۱۶/۸	cyclohexene
۱۷/۷	n-heptane
۱۸/۹	methylcyclohexane
۲۱/۶	n-octane
۲۴/۹	n-nonane
۲۷/۸	n-decane
۳۰/۵	n-undecane
۳۲/۹	n-dodecane

نکته: زمان ماند ممکن است با توجه به سازنده و عمر ستون و سایر پارامترهای GC تحت تاثیر قرار گیرد. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات:

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان و جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

شماره ۲۰۱:

صحت و تورش (جدول ۳) با آنالیز هوای محتوای نصف-یک-دو برابر استاندارد OSHA تعیین گردیده است. جدول ۳ برای n-decane، n-heptane و dodecane از آنجایی که قبلاً مورد ارزیابی قرار نگرفته است، اطلاعاتی ندارد. غلظت تهیه شده به طور مستقل تایید شد. ظرفیت های نفوذ در هوای خشک تعیین شد ثبات ذخیره سازی در ۱۴.۷ و ۳۰ روز بررسی شد. دقت اندازه گیری (جدول ۴) با استفاده از نمونه گیری spike با مقادیر معادل نصف، یک و دو برابر استاندارد OSHA برای حجم هوای اسمی تعیین شد. راندمان بازجذب در نمونه های spike محتوای تنها یک ماده بیش از ۷۵٪ بوده است.

راندمان باز جذب در سطوح مختلف از ۱۰ برابر LOQ تا ۰٫۱ برابر REL، با افزایش مقدار قابل توجهی از آنالیت‌ها (دردی سولفید کربن) بر روی لوله‌های زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل تعیین می‌شود. نتایج بازیافت راندمان باز جذب برای آنالیت‌های ارائه شده در ۶ سطح قابل قبول ارزیابی شده است. هر یک از آنالیت‌ها برای ثبات ذخیره سازی مورد ارزیابی قرار گرفته است. لوله‌های جذب حدوداً ۱۰۰ میکروگرم spike شده و در یک کشو به مدت ۷ روز ذخیره شده و سپس به یخچال و فریزر در دمای ۵ درجه سانتیگراد منتقل می‌گردند نمونه‌ها پس از ۷، ۱۴ و ۳۰ روز بررسی شدند. تمام آنالیت‌ها دارای بازیافت قابل قبول (بیش از ۹۰٪) بوده به جز سیکلوهگزان که در ۳۰ روزه ۸۵٪ بوده است.

منابع

- [1] Pendergrass SM and May L, Backup Data Report, ACS/CEMB/DART/NIOSH (1999).
- [2] NIOSH[1994]. Hydrocarbons, BP 36-136°C. In: Eller PM, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th rev. ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S28, S82, S89, S90, S94, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3., S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] Code of Federal Regulations; Title 29 (Labor), Parts 1900 to 1910; U.S. Government Printing Office, Washington, (1989); 29 CFR 1910.1000.
- [6] NIOSH Recommendations for Occupational Safety and Health. U.S. Department of Health and Human Services, DHHS (NIOSH) Publication No. 92-100 (1992).
- [7] 1993 Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices. ACGIH, Cincinnati, OH (1993).
- [8] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S28, S82, S89, S90, S94, S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).

جدول ۱- مترادف، وزن مولکولی، مشخصات

Name/ Synonyms	Empirical Formula	Molecular Weight	Boiling Point (°C)	Vapor Pressure @ 25°C (mm Hg) (kPa)		Density @ 25°C (g/mL)
cyclohexane hexahydrobenzene CAS # 110-82-7 RTECS GU6300000	C ₆ H ₁₂	84.16	80.7	97.6	13.0	0.779
cyclohexene tetrahydrobenzene CAS # 110-83-8 RTECS GW2500000	C ₆ H ₁₀	82.15	83.0	88.8	11.8	0.811
n-decane CAS # 124-18-5 RTECS HD6550000	C ₁₀ H ₂₂	142.28	174	NA	NA	0.730
n-dodecane CAS # 112-40-3 RTECS JR2125000	C ₁₂ H ₂₆	170.34	216.2	NA	NA	0.750
n-heptane CAS # 142-82-5 RTECS MI7700000	C ₇ H ₁₆	100.21	98.4	45.8	6.1	0.684
n-hexane CAS # 110-54-3 RTECS MN9275000	C ₆ H ₁₄	86.18	68.7	151.3	20.2	0.659
methylcyclohexane CAS # 108-87-2 RTECS GV6125000	C ₇ H ₁₄	98.19	100.9	46.3	6.2	0.769
n-nonane CAS # 111-84-2 RTECS RA6115000	C ₉ H ₂₀	128.26	151	NA	NA	0.718
n-octane CAS # 111-65-9 RTECS RG8400000	C ₈ H ₁₈	114.23	125.7	14.0	1.9	0.703
n-pentane CAS # 109-66-0 RTECS RZ9450000	C ₅ H ₁₂	72.15	36.1	512.5	68.3	0.626
n-undecane hendecane CAS # 1120-21-4 RTECS YQ1525000	C ₁₁ H ₂₄	156.31	196	NA	NA	0.740

جدول ۲- حدود مجاز

Substance	OSHA		NIOSH		ACGIH		mg/m ³ per ppm
	TWA	PEAK	TWA	C	TLV	STEL	
cyclohexane	300		300		300		3.44
cyclohexene	300		300		300		3.36
n-decane	none		none		none		5.82
n-dodecane	none		none		none		6.97
n-heptane	500		85	440	400	500	4.10
n-hexane ^a	500		50		50		3.52
methylcyclohexane	500		400		400		4.01
n-nonane	none		200		200		5.25
n-octane	500		75	385	300	375	4.67
n-pentane	1000		120	610	600	750	2.95
n-undecane	none		none		none		6.39

^a The ACGIH recommendation for other hexane isomers is: TLV 500, STEL 1000.

جدول ۳- دبی نمونه برداری، حجم، ظرفیت و سایر مشخصات

Substance	Sampling		Breakthrough Volume Vol (L)	Concentration (mg/m ³)	Range of Generated Samples (mg/m ³)	Overall		Accuracy (%)
	Flowrate	Volume (L)				Bias	Precision	
	(L/min)	MIN MAX ^b				(%)	($\hat{S}_{IT}$)	
cyclohexane	0.01- 0.2	2.5 5	7.6	1650	510-2010	1.1	0.060 ^c	±11.5
cyclohexene	0.01- 0.2	5 7	10.4	2002	510-2030	10.6	0.073	±20.7
n-hexane	0.01- 0.2	not studied	-	-	-	-	-	-
methylcyclohexane	0.01- 0.2	4 4	6.1	4060	968-4060	-6.5	0.056	±15.0
n-nonane	0.01- 0.2	4 4	5.9	3679	877-3679	-1.8	0.062	±12.5
n-octane	0.01- 0.2	4 4	6.1	3941	940-3941	6.1	0.052	±15.2
n-pentane	0.01-0.2	4 4	6.5	4612	1050-4403	-2.0	0.060	±12.1
n-undecane	0.01-0.05	2 2	3.1	5640	1476-6190	-8.4	0.055	±16.6

^a Minimum recommended flow is 0.01 L/min.
^b Approximately two-thirds the breakthrough volume.
^c Corrected value calculated from data in Ref. 3

شماره روش: ۱۳۰۰ تاریخ انتشار: ۱۵/ مارس/ ۲۰۰۳		کتون های نوع ۱ KETONES I	
فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ فرمول مولکولی: جدول شماره ۱		CAS: جدول شماره ۱ RTECS: جدول شماره ۱	
اسامی مترادف: (جدول شماره ۱) استن - ۲-هگزانول، سیکلو هگزانون، دیزوبوتیل کتون، متیل ایزوبوتیل کتون، ۲-پنتانون خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی			
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱			
نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min استون دیگر ترکیبات حداقل حجم: ۰/۵ لیتر برای استون و ۱ لیتر برای دیگر ترکیبات حداکثر حجم: ۳ لیتر برای استون و ۱۰ لیتر برای دیگر ترکیبات روش انتقال نمونه: متیل ایزو بوتیل باید منجمد گردد ماندگاری نمونه: نامشخص نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری		سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترکیبات بالا حلال جداسازی: 1 mL دی سولفید کربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵μL دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکار ساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: ۵۰ تا ۱۷۰ درجه سانتی گراد (10°C/min) گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن (۳۰ mL/min) ستون: شیشه ای، با قطر داخلی ۶ میلیمتر و طول ۳/۵ متر پر شده با 10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP کالیبراسیون: محلول های استاندارد آنالیت در دی سولفید کربن دامنه: ۰/۰۶ تا ۱۰ میلی گرم در نمونه حد تشخیص برآورد شده: ۰/۰۲ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): به بخش ارزیابی روش مراجعه شود.	
صحت محدوده مطالعه، تورش، دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$) و صحت: به بخش ارزیابی روش مراجعه شود.		احتیاط های ویژه دی سولفید کربن ماده ای سمی خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد زیر هود باید انجام شود.	

کاربرد

این یک روش عمومی جهت کتون‌های لیست شده در بالا می باشد؛ لذا اگر ترکیب مشخصی مد نظر باشد می تواند شرایط تجهیزات جهت پاسخ حداکثری تغییر یابد.

مداخله گر ها

هیچ مداخله گری شناسایی نشده است. ستون‌های جایگزین از قبیل SP-2100 10% یا سیلیکا DB-1 می تواند بکار گرفته شود.

روش های دیگر

این روش ترکیبی از روش‌های S1, S18, S19, S20, S178, S353, S1300 (dated 2/15/84) می باشد.

تجهیزات

- نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در °C ۶۰۰ (بخش جلویی: ۱۰۰ mg، بخش عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون موئین
- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتر
- پیپت ۱ میلی لیتری با pipet bulb
- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

مواد شیمیایی مصرفی

- دی سولفید کربن با خلوص گاز کروماتوگرافی
- آنالیت با خلوص معرف
- نیتروژن پیش خالص شده
- هیدروژن خشک
- هوای فیلتر شده و خشک

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۵ تا ۳ لیتر برای استون و ۱ تا ۱۰ لیتر برای دیگر آنالیت ها انجام دهید.

درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های شیشه ای جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم آنالیت در هر نمونه را پوشش دهد کالیبره نمایید.
الف. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در فلاسک ۱۰ میلی لیتری بادی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم آنالیت).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۸).
سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیاندازید.

ب. مقدار مشخصی از محلول مادر آنالیت یا استاندارد آن در دی سولفید کربن را توسط سرنگ به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. ج. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب اجازه دهید بماند.

د. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).

و. نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آنالیت بازیافت شده ترسیم کنید.

سه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس ۱ 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و از دست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر (L).

$$C(mg/m^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

این روش تحت قرارداد NIOSH CDC-99-74-45 تأیید شد.

راندمان واجذب با افزایش مقادیر شناخته شده ترکیبات (چه در محلول اصلی و چه در محلول هایی همراه با CS_2) روی زغال از جنس پوسته نارگیل بررسی شد. نمونه هایی برای استون، سیکلو هگزانون، ۲-پنتانول، و متیل ایزوبوتیل کتون با حرارت دادن مقداری از مایع تا پایین تر از نقطه جوش آن در یک فلاسک ته گرد ۵۰۰ میلی لیتری با ۳ گردن تولید شد. این ترکیب از طریق یک کندانسور با دمای ثابت به تغلیظ کننده منتقل شد. نمونه ها در مورد دی ایزوبوتیل کتون و ۲-هگزانول با استفاده از یک پمپ سرنگ که ترکیبات را به ورودی شیشه ای گرم شده که با نیتروژن تمیز شده بود، منتقل می کرد و بخار را به محفظه اختلاط می برد، تولید شد. بررسی های راندمان واجذب در سطح پایین نشان داد که DE برای

۰/۰۲۴ و ۰/۰۹۶ میلی گرم در نمونه به ترتیب ۷۰ و ۷۶ درصد برای سیکلو هگزانون و ۸۷ درصد برای ۰/۰۵۲ میلی گرم در نمونه MIBK است [۲].
نتایج آزمایش های ارزیابی شده در زیر آورده شده است.

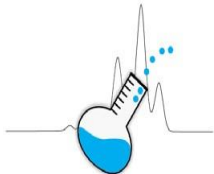
ترکیب	راندمان جذب	محدوده نمونه - برداری	Breakthrough	دقت کلی	روش
استون	۰/۸۶	۲/۴ تا ۱۴/۲ (۰/۰۲۴)	۴/۳	۸۵۰۰ تا ۱۲۰۰	۱S, ۱۲۷
سیکلو هگزانون	۰/۸۲	۳/۸ تا ۱۸ (۰/۰۲۵)	۶۵	۳۹۲ تا ۹۸	S۱۹
دی ایزو بوتیل کتون	۰/۹۷	۱/۸ تا ۷ (۰/۰۳۲)	۴۴	۵۸۲ تا ۱۴۵	S۳۵۸
۲- هگزانون	۰/۸۱	۱/۵ تا ۸/۱ (۰/۰۱۸)	۴۵<	۷۹۰ تا ۱۸۸	S۱۷۸
متیل ایزو بوتیل کتون	۰/۹۱	۲/۱ تا ۸/۳ (۰/۰۰۸)	۱۷	۸۳۶ تا ۲۰۸	S۱۸
۲- پنتانون	۰/۹۰	۳/۵ تا ۱۴ (۰/۰۱۱)	۱۹	۱۵۷۰ تا ۳۹۵	۲۰S

منابع

- [1] UBTL Report, Sequence #5528-J (NIOSH, unpublished, Oct. 2, 1986).
- [2] Williams, Karen, Desorption Efficiency Determination for Cyclohexanone and Methyl Isobutyl Ketone, NIOSH/MRSB, Unpublished (1986).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S1, S18, S19 and S20, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] Ibid, V. 3, S178 and S358, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as Stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 1, P&CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).

جدول ١- اطلاعات عمومی

Compound (Synonyms)	Formula (M.W.)	Properties*	Exposure Limits, ppm		mg/m ³ / ppm @ NTP
			OSHA NIOSH ACGIH		
Acetone 2-Propanone; (CAS #67-64-1) RTECS AL3150000	CH ₃ COCH ₃ (58.08)	liquid; BP 56 °C; d 0.791 g/mL; VP 35.5 kPa (266 mm Hg)	750; STEL 1000 250: Group III Pesticide 750; STEL 1000		2.37
Cyclohexanone Cyclohexyl ketone (CAS #108-94-1) RTECS GW1050000	C ₆ H ₁₀ O (98.15)	liquid; BP 155 °C; d 0.947 g/mL; VP 0.3 kPa (2 mm Hg)	25 (skin) 25 (skin); Group III Pesticide 25 (skin)		4.01
Diisobutyl ketone (2,6,-dimethyl- 4-heptanone; CAS #108-83-8) RTECS MJ5775000	((CH ₃) ₂ CHCH ₂) ₂ CO (142.24)	liquid; BP 169 °C; d 0.847 g/mL; VP 0.23 kPa (1.7 mm Hg)	25 25; Group II Pesticide 25		5.82
2-Hexanone (methyl n-butyl ketone; MBK; CAS #591-78-6) RTECS MP1400000	CH ₃ (CH ₂) ₃ COCH ₃ (100.16)	liquid; BP 127 °C; d 0.812 g/mL; VP 0.4 kPa (3 mm Hg)	100 1 5		4.09
Methyl isobutyl ketone (MIBK; hexone; isopropyl acetone; 4-methyl- 2-pentanone; CAS #108-10-1) RTECS SA9275000	(CH ₃) ₂ CHCH ₂ COCH ₃ (100.16)	liquid; BP 117 °C; d 0.800 g/mL; VP 2.0 kPa (15 mm Hg)	50; STEL 75 50; STEL 75 50; STEL 75		4.09
2-Pentanone (methyl propyl ketone; CAS #107-87-9) RTECS SA 7875000	CH ₃ CH ₂ CH ₂ COCH ₃ (86.13)	liquid; BP 100 °C; d 0.812 g/mL; VP 3.6 kPa (27 mm Hg)	200; STEL 250 150 200; STEL 250		3.52

	شماره روش: ۲۵۵۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴	کتون نوع ۲ KETONES II
فرمول شیمیایی : جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱		CAS: جدول شماره ۱ RTECS: جدول شماره ۱
ترکیبات و اسامی مترادف: (۱) ۲-هپتانون: متیل-n-آمیل کتون (۲) ۳-هپتانون: اتیل بوتیل کتون (۳) اکسید مسیسیل: ۴-متیل-۳-پنتن-۲-یک (۴) ۵-متیل-۳-هپتانون: اتیل آمیل کتون (۵) کافور: ۲-کافانون ، صمغ کافور خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: جدول ۱ حلال جداسازی: 1 mL ایزوپروپانول ۲٪ در دی سولفید کربن همراه با تکان دادن حجم تزریق: ۱ μL دمای تزریق: ۲۲۵ °C دمای آشکار ساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: ۵۵ °C به مدت ۳ دقیقه، تا ۱۹۰ درجه با نرخ (۸ °C/min) گاز حامل: هلیوم با دبی ۴/۸ mL/min ستون: موئین، پر شده با سیلیکا، با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر و ۱ میکرومتر فیلم متقاطع تری فلئوروپروپیل متیل پلی سیلوکسان یا معادل آن کالیبراسیون: محلول های استاندارد آنالیت در حلال واجذب دامنه: جدول شماره ۲ حد تشخیص برآورد شده: جدول شماره ۲	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد (Anasorb CMS)، با مش ۱۵۰/۷۵ میلی گرم) [۱] دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min حداقل حجم: ۱ لیتر حداکثر حجم: ۲۵ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: ۳۰ روز در ۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۱۰٪ نمونه ها	

دقت ($\overline{S_r}$): جدول شماره ۲	
احتیاط‌های ویژه دی سولفید کربن ماده ای سمی خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود.	صحت محدوده مطالعه: تعیین نشده است. تورش: تعیین نشده است. دقت کلی ($\overline{S_{r,T}}$): تعیین نشده است. صحت: تعیین نشده است.
کاربرد برای یک نمونه هوای ۱۰ لیتری، محدوده کاری برای ۲-هپتانول ppm ۰/۸۶ تا ۲۴/۸ (۴ تا ۱۲۱ میلی گرم بر متر مکعب) است. برای ۳ هپتانول ppm ۰/۴۳ تا ۱۲/۹ (۲ تا ۶۰/۳ میلی گرم بر متر مکعب) است. برای اکسید مسیتیل ppm ۰/۲۲ تا ۶/۸۹ (۰/۹ تا ۲۲/۶ میلی گرم در متر مکعب) است. برای ۵-متیل-۳-هپتانول ppm ۰/۲ تا ۶/۲۹ (۱/۱ تا ۳۳ میلی گرم بر متر مکعب) است. و برای کافور ppm ۰/۱۴ تا ۴/۸۴ (۰/۹ تا ۳۰/۲ میلی گرم در متر مکعب) است [۱].	
مداخله‌گرها هر ترکیب دارای زمان نگهداری یکسان با آنالیت های مورد نظر	
روش‌های دیگر این روش به عنوان بخشی از به روز رسانی روش NIOSH 1301 (شماره ۲، ۱۵ آگوست ۱۹۹۴) [۲] توسعه یافته است که روش های NIOSH: S10، S12، S13، S15 و S16 را از ویرایش دوم راهنمای روش های تحلیلی NIOSH ترکیب می کند [۳،۴]. اصلاحات شامل: مقادیر LOD/LOQ پایین تر، بهبود نتایج بازیابی DE (در سطوح پایین تر) با استفاده از Anasorb CMS و ۲٪ IPA در CS2، یک مطالعه ماندگاری ۳۰ روزه و جایگزینی ستون بسته بندی شده با ستون مویرگی سیلیکا ذوب شده Rtx-200 بود.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و درپوش پلاستیکی دارد. حاوی دو بخش Anasorb CMS (بخش جلویی: ۱۵۰ میلی گرم؛ بخش عقبی: ۷۵ میلی گرم) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله ها بطور تجاری در بازار موجود می باشد. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۰/۲ - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، و ستون پر شده با سیلیکا Rtx 200. - شیشه های ویال نمونه گیر خودکار ۲۵ و ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰،۱ میکرولیتر - پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری با pipet bulb	مواد شیمیایی مصرفی • ۲-هپتانول، با خلوص (٪۹۸). • ۳-هپتانول، با خلوص (٪۹۸). • اکسید مسیتیل، با خلوص (٪۹۸). • ۵-متیل-۳-هپتانول، با خلوص (٪۹۷). • کافور، با خلوص (٪۹۹). • دی سولفید کربن، مقدار بنزن پایین.* • ایزوپروپانول. • هلیوم، پیش تصفیه شده و فیلتر شده. • هیدروژن، پیش تصفیه شده و فیلتر شده • هوا، فشرده و فیلتر شده. • حلال واجذب: ۲٪ ایزوپروپانول در دی سولفید کربن (نسبت حجمی) • محلول استوک DE: مقدار مشخصی از آنالیت را به حلال واجذب در فلاسک حجمی ۱۰ میلی لیتری اضافه کنید.

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ - ۰/۲ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید. درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

قسمت جلویی جاذب (شامل پشم شیشه) و عقبی لوله نمونه بردار را در ویال های جداگانه قرار دهید. شاخه های فوم را دور بریزید. ۱ میلی لیتر از حلال واجذب ۲٪ ایزوپروپانول / دی سولفید کربن را به هر ویال اضافه کنید. و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی زیر حدآشکارسازی (LOD=0.6) تا ۱۰ برابر حد کمی سازی (LOQ=110) را پوشش دهد کالیبره نمایید. استانداردهای بیشتری شاید جهت منحنی نیاز باشد.

الف. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم آنالیت).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ Anasorb CMS مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.

الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

ب. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیاندازید.

ج. مقدار مشخصی از محلول مادر (۵ تا ۲۵ میکرو لیتر) را توسط سرنگ میکرو لیتری به بخش جلویی هر Anasorb CMS تزریق نمایید.

د. لوله ها را جهت متعادل شدن چند دقیقه رها کرده و سپس درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید.

و. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آنالیت ترسیم کنید.

سه شاهد و سه نمونه آنالیت spike شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس ۱ میکرو لیتر 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال ترک آلاینده و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3) ، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(mg/m^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

این روش NMAM 1301 را به روز می کند که به عنوان یک روش کروماتوگرافی گازی مشکل ساز از نظر سنجی از کاربران خارجی راهنمای روش های تحلیلی NIOSH شناسایی شد. این روش جدید با استفاده از کروماتوگرافی ستونی مویرگی همراه با نمونه بردار جاذب جامد بهبود یافته و حلال واجذب اصلاح شده، منجر به بهبود LOD/LOQ، بازیابی نمونه و پایداری ذخیره سازی در مقایسه با NMAM 1301 شد. میانگین بازیابی DE برای همه آنالیت ها در سطوح پایین تر از میزان گزارش شده در NMAM 1301 بهبود یافت، از ۹۵ درصد برای مسیتیل اکسید تا ۱۰۰ درصد برای ۳-هپتانول. همه نمونه ها به مدت ۳۰ روز پایدار بودند و بازیافت آنها از ۹۴ درصد برای کافور تا ۹۹ درصد برای ۲-هپتانول متغیر بود. خلاصه کامل نتایج در جدول ۲ آمده است.

آزمایش با نمونه spike و نمونه جمع آوری شده از اتمسفر با استفاده از سرنگ، پمپ هوای ترقیقی و توسط آشکارساز FID بشرح زیر تایید گردیده است :

ترکیب	صحت	تورش	دقت کلی	L	محدوده	Sr	راندمان جذب	محدوده نمونه برداری	روش
کامفور	۱۰/۵	۰/۹	۰/۰۷۴	>۴۸	۶-۲۵	۰/۰۱۸	۰/۹۷	۰/۰۲-۰/۴	S10
مزواتیل اکساید	۲۲/۸	۷	۰/۰۷۱	>۴۸	۴۵-۲۱۰	۰/۰۱۴	۰/۸۱	۰/۱-۳	S12
۵-متیل ۳-هپتانول	۳۱	۱۳/۱	۰/۱	>۳۶	۶۰-۲۷۰	۰/۰۱۴	۰/۹	۰/۱۵-۴	S13
متیل (ان آمیل) کتون	۱۵	۴/۹	۰/۰۶۶	>۳۶	۲۰۰-۹۲۵	۰/۰۱۲	۰/۸۲	۰/۵-۱۰	S15
اتیل بوتیل کتون	۲۶/۳	-۳/۱	۰/۰۸۶	>۲۴	۱۰۰-۴۶۰	۰/۰۲۲	۰/۹۴	۰/۲۵-۷	S16

منابع

- [1] UBTL Report, Sequence #5528-J (NIOSH, unpublished, Oct. 2, 1986).
- [2] Williams, Karen, Desorption Efficiency Determination for Cyclohexanone and Methyl Isobutyl Ketone, NIOSH/MRSB, Unpublished (1986).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S1, S18, S19 and S20, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] Ibid, V. 3, S178 and S358, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] Documentation of the NIOSH Validation Tests, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as Stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [6] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 1, P&CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A (1977).

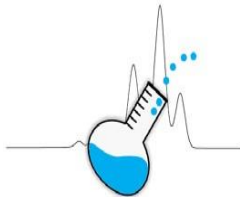
جدول ۱- اطلاعات عمومی

Compound/ (Synonyms) CAS # RTECS	Formula (M.W.)	Exposure Limits			mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	Properties
		NIOSH REL (ppm)	OSHA PEL (ppm)	ACGIH TLV (ppm)		
Methyl-n-amyl-ketone (2-Heptanone) (CAS # 110-43-0) RTECS MJ5075000	C ₇ H ₁₄ O (114.19)	100	100	50	4.67	liquid; d 0.820 g/mL; BP 151 °C; VP 0.27 kPa (2 mm Hg)
Ethyl butyl ketone (3-Heptanone) (CAS # 106-35-4) RTECS MJ5250000	C ₇ H ₁₄ O (114.19)	50	50	50	4.67	liquid; d 0.818 g/mL; BP 148 °C; VP 0.53 kPa (4 mm Hg)
Mesityl oxide (4-methyl-3-penten-2-one) (CAS # 141-79-7) RTECS SB4200000	C ₆ H ₁₀ O (98.15)	10	25	15	4.01	liquid; d 0.822 g/mL; BP 129 °C; VP 1.1 kPa (8 mm Hg)
5-Methyl-3-heptanone (Ethyl amyl ketone) (CAS # 541-85-5) RTECS MJ7350000	C ₈ H ₁₆ O (128.21)	25	25	25	5.00	liquid; d 0.822 g/mL; BP 159 °C; VP 0.27 kPa (2 mm Hg)
Camphor (CAS # 76-22-2) RTECS EX1225000	C ₁₀ H ₁₆ O (152.24)	2	2	2	6.22	solid; spec. gr. 0.992 @ 25 °C; MP 174 °C; VP 0.024 kPa (0.18 mm Hg, 1470 mg/m ³); sublimes

Note: All densities and vapor pressures are at 20°C unless otherwise stated.

جدول ۲- نتایج سنجش

Analyte	LOD (µg)	Precision (S _r)	Range (µg)	DE (Avg)	Storage Stability (at 5 °C after 30 Days)
2-heptanone	0.5	0.025	40-1206	0.970	0.994
3-heptanone	0.7	0.031	20-603	1.004	0.984
mesityl oxide	0.3	0.014	9-276	0.950	0.993
5-methyl-3-heptanone	0.7	0.032	11-330	0.987	0.990
camphor	0.7	0.043	9-302	0.970	0.939

	شماره روش: ۱۴۵۱ شماره ۱: ۶/دسامبر/۱۹۷۴ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴	متیل سلوسولو استات METHYL CELLOSOLVE ACETATE
CAS:۱۱۰-۴۹-۶	RTECS :KL5950000	فرمول شیمیایی: CH ₃ COOCH ₂ CH ₂ OCH ₃ وزن مولکولی: ۱۱۸/۱۵
اسامی مترادف: ۲- متوکسی اتیل استات، گلیکول مونومتیل اتر استات، اتیلن گلیکول، مونومتیل اتر استات خصوصیات: مایع، نقطه جوش ۱۴۵°C، نقطه ذوب -۶۵°C، نقطه اشتعال ۴۹ °C، دانسیته ۱/۰۰۵ در ۲۰ درجه سانتیگراد، فشاربخار ۲ میلیمتر جیوه، (۱۷۰۰ میلیگرم بر متر مکعب در ۲۰°C) ارزیابی: کامل		
حدود مجاز		
OSHA:۲۵ ppm (پوست) NIOSH:۰/۱ ppm (پوست) ACGIH:۵ ppm(پوست) (۱ppm برابر است با ۴/۸۳ میلی گرم در متر مکعب در شرایط NTP)		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: متیل سلوسولو استات حلال جداسازی: 1 mL دی سولفید کربن حجم تزریق: ۵ μL دمای تزریق: ۲۲۵ °C دمای آشکار ساز: ۲۵۰ °C دمای ستون: ۹۰ °C گاز حامل: هلیوم ۳۰ mL/min ستون: استیل با قطر داخلی ۱/۸ اینچ و طول ۱۰ فوت پر شده با 5% FFAP stationary phase on 100/200 mesh Supelcoport کالیبراسیون: محلول های استاندارد آنالیت در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: ۱۰ میکروگرم در نمونه دامنه: ۳۰ تا ۴۵۰۰ میکروگرم در نمونه دقت ($\overline{S}_r$): ۰/۰۴۴۱	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۰/۲ لیتر در ۲۵ ppm حداکثر حجم نمونه برداری: ۲۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: حداقل ۱۵ روز در دمای صفر درجه سانتیگراد نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه	صحت
دی سولفید کربن ماده ای سمی خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد(نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود.	محدوده مورد مطالعه: ۵۱ تا ۲۱۴ میلی گرم بر متر مکعب (۲۰ لیتر) تورش: ۰/۴٪ - دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۷۸ صحت: ٪ ۱۳/۳ ±
کاربرد محدوده کاری ۰/۳ تا ۴۷ ppm (۱،۵ تا ۲۲۵ میلی گرم بر مترمربع) برای ۲۰ لیتر نمونه هوا است. حساسیت بهتری در صورت استفاده از لوله موئین پر شده بجای لوله بسته بندی شده بدست می آید. یک ستون موئین پر شده از سیلیکا با قطر داخلی ۰/۳۲ میلیمتر و طول ۳۰ متر پوشش داده شده با لایه ۱ میکرومتری DB-5 با شرایط مناسب توصیه می گردد.	
مداخله‌گرها شرایط رطوبت بالا ممکن است باعث ایجاد ناپایداری بخارات آلی شود.	
روش‌های دیگر این روش تطبیقی از روش ۳۹S NIOSH و روش ۵۳ OSHA که در 1/85 چاپ شده می باشد. تغییرات موثر و قابل استفاده به روش OSHA به شرح زیر است: ستون موئین پر شده از سیلیکا با قطر داخلی ۰،۳۲ میلیمتر و طول ۳۰ متر پوشش داده شده با لایه ۱ میکرومتری DB-5. دمای ستون: ۴۰ درجه سانتیگراد به مدت ۴ دقیقه و برنامه ریزی شده در دمای ۴ درجه سانتیگراد در دقیقه تا ۸۵ درجه سانتیگراد. کلرید / متانول، ۵/۹۵ (v / v) حاوی ۱ میلی لیتر / میلی لیتر تولوئن به عنوان استاندارد داخلی. حلال جداسازی: ۳۰ دقیقه در ۱،۰ میلی لیتر کلرید متیلن / متانول، با درصد حجمی ۹۵،۵٪ حاوی ۱ میکرو لیتر / میلی لیتر تولوئن به عنوان استاندارد داخلی	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی دارد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده)، (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار در لوله ها در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها بصورت تجاری در بازار موجود می باشد. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min (جدول شماره ۳)، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون موئین - ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتر - پیپت ۱ میلی لیتری با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتر - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • متیل سلوسلو استات • حلال: دی سولفید کربن با خلوص گاز کروماتوگرافی با ۰/۱٪ حجمی آن دکان (استاندارد داخلی اختیاری) • هلیوم خالص • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوای فیلتر شده

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای 0.2 تا 20 لیتر انجام دهید. درپوش نمونه بردار را گذاشته و جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. 1 mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که دامنه 10 تا 4500 میلی گرم در هر نمونه را پوشش دهد کالیبره نمایید.

الف. مقدار مشخصی از محلول متیل سلوسلو استات را به 1 میلی لیتر حلال در هر ویال نمونه اضافه نمایید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 11 و 12 نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک آنالیت به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم متیل سلوسلو استات). راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی لوله های شاهد را دور بیانداژید.

ب. مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید.

ج. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید.

د. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل $5-7$ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 11 و 12 اندازه گیری).

و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم متیل سلوسلو استات ترسیم کنید.

سه شاهد و سه نمونه آنالیت اسپایک شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفید کربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید. اگر استاندارد داخلی استفاده شده مساحت پیک آنالیت را بر مساحت پیک استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم کنید.

محاسبات

جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر (L).

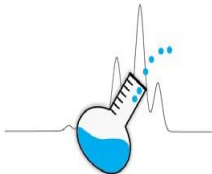
$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

این روش در محدوده ۵۱ تا ۲۱۴ میلی گرم در مترمکعب در ۲۳ درجه سانتیگراد و فشار ۷۶۲ میلی متر جیوه با استفاده از نمونه های ۲۰ لیتری تأیید شد. به طور کلی نمونه گیری و دقت اندازه گیری، S_rT ، ۰/۰۷۸ بود که میانگین بازیافت آنها ۹۹/۸٪ بود. ماندگاری نمونه متیل سلولواستات بر زغال فعال توسط OSHA به حداقل ۱۵ روز در دمای صفر درجه سانتی گراد تعیین شده است.

منابع

- [1] OSHA Manual of Analytical Methods, Method 53, U.S. Occupational Safety and Health Administration, Salt Lake City, Utah (1985).
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S39, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [3] Analytical Report for Organics on Charcoal Tubes, Data Chem Sequence # 6227, Unpubl. NIOSH (1988).

	شماره روش: ۱۵۵۰ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۳: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
نفتا NAPHTHAS	
CAS: جدول شماره ۱ RTECS: جدول شماره ۱	فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱
اسامی مترادف: پترولیوم اتر (بنزین)، حلال لاستیک، پترولیوم نفت خام، VM&P نفت خام، اسپیریت معدنی، حلال استودارد، کروسین، coal tar naphtha خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: کامل	
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱	
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: هیدروکربن های نفت خام حلال جداسازی: ۱ mL دی سولفید کربن، مدت 30 min حجم تزریق: ۵ µL (ستون پک شده) ۰/۱ تا ۱ (لوله مویین) دمای تزریق: ۲۵۰-۳۰۰ °C دمای آشکار ساز: ۲۵۰-۳۰۰ °C دمای ستون: ۲۵۰-۳۰۰ °C با نرخ (۸ °C/min) گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن با دبی ۳۰ mL/min ستون: شیشه ای با قطر داخلی ۶ میلی متر و طول ۳ متر، SP-2100 درصد با مش ۸۰/۱۰۰ بر روی Supelcoport با مش ۸۰/۱۰۰ یا ستون پر شده با سیلیکا به طول ۳۰ متر با قطر داخلی ۰/۳۲۵ میلی متر و طول ۳۰ متر، فیلم DB-1 به ضخامت ۱ میکرومتر یا معادل آن کالیبراسیون: محلول های نفت خام در دی سولفید کربن دامنه: ۰/۵ تا ۱۰ میلی گرم در هر نمونه حد تشخیص برآورد شده: ۰/۱ میلی گرم در هر نمونه دقت ($\bar{S}_r$): ۰/۰۱	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل حجم: ۱/۳ لیتر در ۴۰۰ mg/m³، ۰/۲ لیتر در ۲۵۰۰ mg/m³ حداکثر حجم: ۲۰ لیتر در ۴۰۰ mg/m³، ۳/۲ لیتر در ۲۵۰۰ mg/m³ روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: حداقل یک هفته در ۲۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری نمونه بالک: ضروری، ۵ تا ۱۰ میلی متر

احتیاط‌های ویژه	صحت
کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (C° -۳۰ = نقطه اشتعال)، و فقط در زیر هود با آن کار کنید	دامنه مطالعات و تورش و صحت: به بخش ارزیابی روش مراجعه شود. دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۵
کاربرد محدوده کاری ۱۰۰ تا ۲۰۰۰ میلی گرم در مترمکعب در ۵ لیتر از نمونه هوا است. این یک روش کلی برای تجزیه و تحلیل انواع مختلف مخلوط هیدروکربنی به نام "نفت خام" است که به عنوان تینر در رنگ ها و لاک ها و به عنوان حلال های روش اول استفاده می شود.	
مداخله گر ها نفت خام غالباً پیچیده و کمپلکس می باشند. در شستشوی اجزا با گاز کروماتوگرافی در دامنه دمایی وسیع امکان تداخل سایر مواد وجود دارد ستون ها و شرایط باید برای به دست آوردن درجه مورد نظر بطور جداگانه برای هر ترکیب انتخاب شود.	
روش های دیگر این روش ترکیب و جایگزین روش ۸۶S، ۳۸۰S و ۳۸۲S می شود. روش مشابهی در سند ضوابط وجود دارد.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی mm ۴؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در ۶۰۰ °C (بخش جلویی: ۱۰۰ mg، بخش عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند. - پمپ نمونه برداری فردی (با دبی ۰/۲-۰/۱ L/min) به همراه لوله های رابط قابل انعطاف. - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون - شیشه های ویال نمونه گیر ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - پیپت ۱ میلی لیتری با pipet bulb - سرنگ های ۱۰ µL (سرنگ ۰/۱ میکرومتری برای ستون موئین) و سائزهای دیگر مناسب برای تهیه استانداردها با درجه بندی ۰/۱ µL - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال: کربن دی سولفید با خلوص کروماتوگرافی درصد حجمی ۱/۰٪ اکتان، ۵/۰٪ هگزادکان، یا سایر استانداردهای داخلی مناسب • نکته ۱: از استاندارد داخلی استفاده نمایید که فاقد اجزاء تشکیل دهنده نمونه باشد. • نکته ۲: از تولوئن بجای دی سولفید کربن در آنالیت های با نقطه جوش پایین استفاده نمایید. • نمونه بالک آنالیت • هلیوم و نیتروژن تصفیه و فیلتر شده • هیدروژن تصفیه شده • هوای فیلتر شده
نمونه برداری پمپ نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	

قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1-0.2 \text{ L/min}$ برای نمونه کل که حاوی 0.5 تا 8 میلی گرم نفت خام می باشد انجام دهید. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید. 5 تا 10 میلی لیتر نمونه بالک نفت خام در ظرف دیگری جدا از لوله های جاذب به آزمایشگاه انتقال دهید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

1 mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 0.1 تا 10 میلی گرم نفت خام در هر نمونه را پوشش دهد کالیبره نمایید. مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت خام را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم 10 میلی لیتر برسانید.

محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 11 و 12 نمونه برداری).

منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم نفت خام).

راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.

الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

ب. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیندازید.

ج. مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت خام را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید.

د. درپوش ویال ها را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید.

و. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل $5-7$ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 11 و 12 اندازه گیری).

ه. نمودار راندمان جذب در برابر میکروگرم نفت خام بازیافت شده رسم کنید.

سه شاهد و سه نمونه آنالیت spike شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس مقداری 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.

نکته: ستون ها و شرایط ارائه شده جداسازی متوسطی را میسر می سازد. اگر دقت کمتر مورد نیاز باشد، از ستون های کوتاه تر و بازده پایین استفاده کنید که در روش $86S$ ، $380S$ و $382S$ تایید شده است

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

مساحت پیک را محاسبه کنید. (مساحت آنالیت را بر مساحت استاندارد داخلی و راندمان بازجذب در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید)

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد

غلظت (C) بر حسب (mg/m³)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

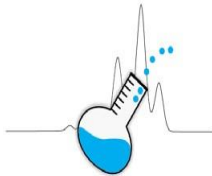
روش های ۸۶S (نفثا، زغال سنگ تار)، ۳۸۰S (تقطیر نفت) و ۳۸۲S (Stoddard Solvent) در تاریخ ۱۴ مارس ۱۹۷۵. آنها در دمای ۲۴ درجه سانتیگراد و حدود ۷۵۵ میلی متر جیوه با استفاده از نمونه های ۱۰، ۴ و ۳ لیتر هوا، به ترتیب از حلال های Hi-Flash-۲-۵۰ (شرکت Neville Chemical: نقطه جوش ۱۵۴ تا ۱۹۵ درجه سانتیگراد، دانسیته ۰.۸۹۳ گرم در میلی لیتر)، VM & P نفثا (محصول ۱۱۰۱ Amsco، نقطه جوش ۱۲۰ تا ۱۴۷ درجه سانتی گراد؛ دانسیته ۰.۷۴۳ گرم در میلی لیتر) و محلول Stoddard (شرکت Fisher Scientific نقطه جوش ۱۵۹ تا ۱۷۶ درجه سانتی گراد؛ دانسیته ۰.۷۷۴ گرم در میلی لیتر) ارائه و تایید شد. دقت کلی و بازیابی همانطور که در زیر نشان داده شده است، نشانگر یک بایاس غیر قابل توجه در هر روش است. آزمایش های نفوذ و Breakthrough در هوای خشک با ۲۰ تا ۲۵ میلی گرم از هر حلال را تست گردید. ظرفیت در رطوبت نسبی بالا تعیین نشده است.

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S86, S380, S382, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977)
- [2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2, Method S86, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977)
- [3] Ibid, V. 3, S380, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B(1977).
- [4] Ibid, S382.
- [5] Criteria for a Recommended Standard...Occupational Exposure to Refined Petroleum Solvents, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-192 (Jul y, 1977).

جدول ١- اطلاعات عمومی

Exposure			
Limits, mg/m ³			
NAME		Vapor	
OSHA		Pressure, kPa	Liquid Density
CAS #	Boiling	(mm Hg) @ 20 °C	(g/mL @ 15 °C)
Predominant	NIOSH		
RETECS	Range (°C)		
Hydrocarbon Species	ACGIH		
Petroleum ether (a)	30 to 60	13 (100)	0.63 to 0.66
8032-32-4	C ₅ -C ₆	--	aliphatic 350; C 1800
016180000		(13 °C)	--
Rubber solvent (a)	45 to 125	(c)	0.67 to 0.85
SE7449000	C ₅ -C ₈	2000 (500 ppm)	aliphatic 350; C 1800
8030-30-6			1590 (400 ppm)
Petroleum naphtha (b)	30 to 238	5 (40)	0.6 to 0.8
(Petroleum distillates mixture)	C ₄ -C ₈	2000 (500 ppm)	350; C 1800
8002-05-9			--
SE7449000			
VM&P naphtha (a)	95 to 160	0.3 to 3 (2 to 20)	0.72 to 0.76
8032-32-4	C ₇ -C ₁₁	--	<20% aromatic 350, C 1800
016180000			1370 (300 ppm)
Mineral spirits (a)	150 to 200	0.2758(2)	0.77 to 0.81
8052-41-3	C ₈ -C ₁₂	2900 (500 ppm)	<20% aromatic
WJ89250000			350; C 1800
			525 (100 ppm)
Stoddard solvent (a)	150 to 210	0.2758 (2)	0.75 to 0.80
8052-41-3	C ₈ -C ₁₂	2900 (500 ppm)	<20% aromatic
WJ8925000			350; C 1800
			525 (100 ppm)
Kerosene (a)	175 to 325	(c)	0.8
8008-20-6	C ₉ -C ₁₆	--	<20% aromatic
OA5500000			100
			--
Coal tar naphtha (b)	110 to 190	<0.7 (<5)	0.86 to 0.89
	C ₈ -C ₁₀	400 (100 ppm)	

	ان بوتیل گلیسیدیل n-Butyl glycidyl	شماره روش: ۱۶۱۶ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/آگوست ۱۹۹۴
CAS: ۶-۰۸-۲۴۲۶RTECS: TX4200000		فرمول شیمیایی: C7H14O2 وزن مولکولی: ۱۳۰/۱۹
اسامی مترادف: ۱-۲-اپوکسی ۳ بوتوکسی پروپان، بوتوکسی متیل اکسیران، BGE خصوصیات: مایع، دانسیته ۰/۹۰۸۷ g/mL در ۲۰ درجه سانتیگراد، نقطه جوش ۱۶۴، فشاربخار ۰/۴۳ کیلوپاسکال (۳/۲ میلی متر جیوه، ۴۲۰۰ ppm در ۲۰ درجه سانتیگراد) ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: ۵۰ ppm NIOSH: حد سقفی ۵/۶ ppm، ۱۵ دقیقه ACGIH: ۲۵ ppm ۱ ppm در شرایط استاندارد برابر است با ۵/۳۲ میلی گرم بر مترمکعب		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ان بوتیل گلیسیدیل اتر حلال جداسازی: ۰/۵ دی سولفید کربن، زمان ماند ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵ µL دمای تزریق: ۱۸۰ °C دمای آشکارساز: ۲۷۵ °C دمای ستون: ۱۳۰ °C گاز حامل: نیتروژن، (۵۰ mL/min) ستون: استیل، با قطر داخلی ۳/۲ میلی متر و طول ۳ متر packed with 10% FFAP on 80/100 mesh Chromosorb W-AW DMCS کالیبراسیون: محلول استاندارد ان بوتیل گلیسیدیل اتر در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: تعیین نشده است. دامنه: ۱/۶ تا ۶/۴ میلی گرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۱۶	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ میلی گرم دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل: ۱۵ لیتر در ۲۵ ppm حداکثر حجم: ۳۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمول (منجمد در آزمایشگاه) ماندگاری نمونه: تعیین نشده است. نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد میدانی برای هر نمونه برداری	
احتیاط های ویژه	صحت محدوده مطالعه: ۱۳۳ تا ۵۴۲ در نمونه های ۱۰ لیتری	

ان بوتیل گلیسیدیل اتر و کربن دی سولفید هر دو سمی بوده و علاوه بر آن دی سولفید کربن شدیداً قابل انفجار و آتشگیر می باشد (نقطه اشتعال به ترتیب ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.	تورش: ۱۶/۱- درصد در 133 mg/m^3 1-% در 259 تا 542 mg/m^3 دقت کلی S_{PT}: 0.074 صحت: $15/5 \pm$ در 259 تا 592 mg/m^3 $30/6 \pm$ % در 133 mg/m^3
کاربرد محدوده کاری ۱۵ تا 60 ppm (۸۰ تا ۳۲۰ میلی گرم در مترمکعب) برای یک نمونه هوا ۲۰ لیتری است. به علت تورش غیرمنتظره در پایین ترین سطح آزمون و احتمال ضعیف بودن راندمان بازجذب درمقادیر پایین، حجم نمونه حداقل ۱۵ لیتر توصیه می شود. این روش برای مواجهه کوتاه مدت در $5/6 \text{ ppm}$ ارزیابی نشده است. ستون موئین مناسب می تواند برای دقت و حساسیت بهتر استفاده گردد.	
مداخله گر ها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است.	
روش های دیگر این روش اصلاح شده روش S ۸۱ است.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) با مش ۲۰/۴۰ که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله ها در دبی L/min ۱ باید از ۳/۴ kPa کمتر باشد. لوله ها در بازار بصورت تجاری موجود می باشند. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min ۰/۲ — ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون - ویال های شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سائز های مناسب دیگر جهت ساخت محلول ها - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری - پیپت ۰/۵ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی - کربن دی سولفید؛ با خلوص کروماتوگرافی - ان بوتیل گلیسیدیل اتر؛ با خلوص آزمایشگاهی - نیتروژن، خالص - هیدروژن، خالص - هوای فشرده فیلتر شده
نمونه برداری پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.	

نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰,۲L/min - ۰,۰۱ برای عبور حجم هوای ۳۰-۱۵ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۰/۵mL کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱/۰ تا ۸ میلی گرم ان بوتیل گلیسیدیل اتر را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. الف. مقدار مشخصی از ان بوتیل گلیسیدیل اتر را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید ریخته به حجم برسانید. در صورت نیاز به غلظت های کمتر محلول ها را بطور متوالی رقیق نمایید. ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک ان بوتیل گلیسیدیل اتر در برابر میلی گرم ان بوتیل گلیسیدیل اتر). راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۸ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. الف. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید. ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از ان بوتیل گلیسیدیل اتر یا محلول استاندارد ان بوتیل گلیسیدیل اتر در کربن دی سولفید را مستقیما به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. د. محلول های فوق را بازجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم ان بوتیل گلیسیدیل اتر باز یافت شده ترسیم کنید. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف 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. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد. غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

روش ۸۱S در تاریخ ۱۴ فوریه ۱۹۷۵ تهیه و با استفاده از یک نمونه هوای ۱۰ لیتری محتوای ۱۳۳ تا ۵۴۲ میلی گرم در مترمکعب تأیید گردید. غلظت آن بوتیل گلیسیدیل اتر به طور مستقل با استفاده از یک آنالیزور هیدروکربنی کل اندازه گیری شد. میانگین بازیافت برای مجموعه ای از شش نمونه گرفته شده در غلظت های ۵۴۲ و ۲۵۹ میلی گرم بر مترمکعب به ترتیب ۹۹/۸٪ و ۹۸/۲٪ بود. روش متفاوتی برای غلظت های در محدوده ۱۳۳ میلی گرم بر مترمکعب استفاده گردیده است. برای دو مجموعه از شش نمونه گرفته شده در غلظت اخیر، بازده متوسط به ترتیب ۸۳/۹٪ بود. علت بازیافت پایین تعیین نگردیده است. پس از نمونه برداری از ۴۴ لیتر از هوای آزمایشی که محتوای ۳۰ میلی گرم بر مترمکعب آن بوتیل گلیسیدیل اتر بود، Breakthrough مشاهده نگردید. راندمان باز جذب از ۹۳/۱ به ۸۲/۶٪ کاهش یافت چون بارگیری ها از ۴/۶ تا ۱/۶ میلی گرم در هر نمونه کاهش یافت. پایداری نمونه تعیین نشده است؛ با این حال، سرد کردن نمونه ها پس از دریافت توسط آزمایشگاه توصیه می شود.

منابع:

[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S81, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977). Available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S81, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).

	ترکیبات نیتروآروماتیک Nitroaromatic compounds		شماره روش: ۲۰۰۵ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/آگوست/۱۹۹۰ شماره ۲: ۱۵/ژانویه/۱۹۹۸
(1) Nitrobenzene: $C_6H_5NO_2$ (2) o-Nitrotoluene: $CH_3C_6H_4NO_2$ m-Nitrotoluene: p-Nitrotoluene: (3) 4-Chloronitrobenzene: $C_6H_4ClNO_2$	MW: 123.11 137.14 157.56	CAS: 98-95-3 88-72-2 99-08-1 99-99-0 100-00-5	RTECS: DA6475000 XT3150000 XT2975000 XT3325000 CZ1050000
اسامی مترادف: (۱) نیترو بنزول (۲) اورتو متیل نیترو بنزن، ۲-متیل نیترو بنزن، ۲-نیتروتولون متا متیل نیترو بنزن، ۳-متیل نیترو بنزن، ۳-نیتروتولون پارا متیل نیترو بنزن، ۴-متیل نیترو بنزن، ۴-نیتروتولون (۳) پارا کلرو نیترو بنزن، ۱-کلرو-۴-نیترو بنزن، ۴-نیترو کلرو بنزن، PCNB, PNCB خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: جدول ۱			
حدود مجاز OSHA: جدول شماره ۱ NIOSH: جدول شماره ۱ ACGIH: جدول شماره ۱			
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: نیترو بنزن، ایزومرهای نیترو تولون، ۴-کلرو نیترو بنزن حلال جداسازی: ۱ mL متانول در حمام اولتراسونیک به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱ μL دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکار ساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C با نرخ (۸ °C/min) گاز حامل: هلیوم ۲/۵ تا ۳ میلی لیتر بر دقیقه ستون: موئین با قطر داخلی ۰/۵۳ میلی متر و طول ۳۰ متر و پوشش ۰/۱ میکرومتر فیلم دی فنیل ۵٪ و دی متیل پلی سیلوکسان- RtX®-5 Amine	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، سیلیکاژل (۷۵/۱۵۰ میلی گرم) دبی: (۱) و (۳): ۱/۱ - ۰/۰۱ (۲): ۰/۰۲ - ۰/۰۱ حداقل حجم: (۱) ۱۰ لیتر (۲) ۱ لیتر (۳) ۱ لیتر حداکثر حجم: ۱۵۰ لیتر ۳۰ لیتر ۱۵۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: ۳۰ روز در ۵ درجه سانتی گراد نمونه شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری		

کالبراسیون: آنالیت در متانول حد تشخیص برآورد شده: جدول شماره ۱ دامنه: جدول شماره ۱ دقت ($\overline{S}_T$): جدول شماره ۱	
احتیاط‌های ویژه این آنالیت‌ها سمی و تحریک کننده هستند. از تماس با چشم ها، پوست و یا لباس ها با پوشیدن محافظ چشم، دستکش های مقاوم در برابر شیمیایی و لباس آزمایشگاهی جلوگیری کنید. استنشاق نمایید نیتروبنزن و m- نیتروتولون از طریق تماس با پوست جذب می شوند و می توانند باعث مت هموگلوبین می شوند. ۴- کلرو نیتروبنزن سرطان زا است. متانول به شدت قابل اشتعال است.	صحت محدوده مطالعه: جدول شماره ۱ تورش: جدول شماره ۱ دقت کلی: $\overline{S}_T$: جدول شماره ۱ صحت: جدول شماره ۱
کاربرد محدوده کاری ppm ۰/۳۹۶ تا ۱/۹۲ (۱/۹۸ تا ۹/۶ میلی گرم در مترمکعب) نیترو بنزن – ppm ۰/۳۴۶ تا ۱/۷۳ (۱/۹۷ تا ۹/۸۶ میلی گرم در متر مکعب) برای اورتو نیتروتولون ؛ ppm ۰/۳۴۴ تا ۱/۷۲ (۱/۹۶ تا ۹/۸۱ میلی گرم در متر مکعب) برای متا نیترو تولون؛ ppm ۰/۳۰۳ تا ۱/۵۲ (۱/۷۳ تا ۸/۶۷ میلی گرم در مترمکعب) برای پارا نیترو تولون ؛ و ppm ۰/۳۰۸ تا ۱/۵۴ (۱/۹۸ تا ۹/۹۲ میلی گرم در متر مکعب) برای ۴-کلرو نیترو بنزن برای نمونه ۳۰ لیتری هوا است.	
مداخله‌گرها هر ماده ای که زمان ماند مشابه ارتو-نیتروتولون داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه‌برداری رطوبت بالا می تواند حجم breakthrough را کاهش دهد.	
روش‌های دیگر این روش به روز رسانی NMAM ۲۰۰۵، نیترو بنزن‌ها منتشر شده در تاریخ ۱۵ اوت ۱۹۹۴ است که ترکیبی و جایگزین ۲۱۷S، ۲۱۸S و ۲۲۳S می باشد.	
تجهیزات ✓ نمونه‌بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی mm ۴؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (بخش جلویی: ۱۵۰ mg، بخش عقبی: ۷۵ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. ✓ پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۱ L/min – ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ✓ ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • متانول؛ با خلوص کروماتوگرافی HPLC • نیترو بنزن؛ با خلوص آزمایشگاهی • ایزومرهای اورتو، پارا و متا نیتروتولون؛ با خلوص آزمایشگاهی • ۴، کلرو نیتروبنزن • محلول استوک کالبراسیون ارتو-نیتروتولون، ۵۰۰ µg/mL؛ در متانول آماده شود • نیتروژن، خالص • هیدروژن، خالص • هوای فیلتر شده

✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ✓ پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری ✓ حمام اولتراسونیک	
نمونه برداری: ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$ برای ایزومرهای نیترو بنزن انجام دهید. برای نیترو بنزن و ۴-کلرو نیترو بنزن دبی ۱ لیتر در دقیقه یا کمتر استفاده کنید. حداکثر و حداقل حجم نمونه را در صفحه ۲۰۰۵-۱ ذکر گردیده است. ۴. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه: ۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۶. ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.	
کالیبراسیون و کنترل کیفیت: ۸. روزانه با حداقل شش استاندارد کاری کالیبره کنید تا محدوده بررسی روش را پوشش دهید. در صورت لزوم، ممکن است استانداردهای اضافی برای گسترش منحنی کالیبراسیون اضافه شود. - الف. مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم آنالیت). ۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۸ کالیبراسیون). - الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. ب. توسط یک سرنگ میکرو لیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. ج. چند دقیقه منتظر بمانید تا تعادل با هوای محیط صورت گیرد، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. د. محلول های فوق را بازجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). و. نمودار راندمان جذب در برابر میکرو گرم آنالیت باز یافت شده ترسیم کنید. ۱۰. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.	
سنجش: ۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف 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. - نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۱۲. مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.	
محاسبات:	

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

محاسبه غلظت (C) آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

نکته: $\mu\text{g}/\text{mL} = \text{mg}/\text{m}^3$

ارزیابی روش:

به روز رسانی این روش شامل استفاده از کروماتوگرافی ستون های موئین که مقادیر LOD / LOQ را پایین آورده شده، یک مطالعه راندمان پایدار ۵ سطح پایین و یک مطالعه پایداری ذخیره سازی ۳۰ روزه برای هر یک از آنالیت ها بود. داده های ارزیابی روش برای این ترکیبات در جدول ۲ آورده شده است. روش های ۲۱۷S، نیترو بنزن و ۲۱۸S، ۴-نیترو کلرو بنزن، ابتدا در تاریخ ۲۱ نوامبر ۱۹۷۵ منتشر گردید. روش ۲۲S، ۸-نیتروتولون در تاریخ ۱۹ دسامبر ۱۹۷۵ منتشر گردید. تجزیه و تحلیل نیتروتولون و پارا نیترو تولون در ۱۵ مه ۱۹۸۴ اضافه شد. در کار اصلی توسعه روش، ظرفیت لوله نمونه، یا نشئت ۵ در صد غلظت اتمسفر تولید تعیین شد که در خروجی لوله های نمونه را اندازه گرفتند. ظرفیت آن در < ۲.۸ میلی گرم در نمونه برای نیترو بنزن، < ۲.۵ میلی گرم نمونه برای ایزومرهای نیترو تولون، و < ۲.۲ میلی گرم نمونه برای ۴-کلرو بنزن اندازه گیری شد.

منابع

- [1] Pendergrass SM [1997]. Backup data report for nitroaromatic compounds method development. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, DPSE/NIOSH (unpublished December).
- [2] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests, S217, S218, and S223, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185.
- [3] NIOSH [1994]. *m*-Nitrotoluene and *p*-Nitrotoluene: Method 2005. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [4] NIOSH [1978]. Nitrobenzene: Method S217; *p*-Chloronitrobenzene: Method S218; and Nitrotoluene: Method S223. In: Taylor DG, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, Publ. (NIOSH) 77-157-C.
- [5] NIOSH [1977]. Occupational diseases, a guide to their recognition, revised ed., 235-238, 280-281, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-C.
- [6] NIOSH [1981]. NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, Nitrobenzene-, Nitrochlorobenzene and Nitrotoluene, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123.

جدول ۱- اطلاعات عمومی

Chemical	TWA OSHA NIOSH ACGIH	Physical Properties	Method Evaluation
Nitrobenzene	1 ppm (5.0 mg/m ³) (skin) 1 ppm (5.0 mg/m ³) (skin) 1 ppm (5.0 mg/m ³) (skin)	Colorless oily liquid, almond odor; d=1.196 g/mL @ 20°C; MP 6°C; BP 210- 211°C; VP=37 Pa (0.30 mm Hg) @ 20°C	Full
<i>o</i> -Nitrotoluene	5 ppm (28.5 mg/m ³) (skin) 2 ppm (11.7 mg/m ³) 2 ppm (11.7 mg/m ³)	yellowish liquid; d=1.163 g/mL @ 20°C; MP -4°C; BP 222°C; VP=20 Pa (0.15 mm Hg) @ 20°C	Full
<i>m</i> -Nitrotoluene	5 ppm (28.5 mg/m ³) 2 ppm (11.7 mg/m ³) 2 ppm (11.7 mg/m ³)	liquid; d=1.157 g/mL @ 20°C; MP 16°C; BP 232°C; VP=20 Pa (0.15 mm Hg) @ 20°C	Partial
<i>p</i> -Nitrotoluene	5 ppm (28.5 mg/m ³) 2 ppm (11.7 mg/m ³) 2 ppm (11.7 mg/m ³)	yellow crystals; d=1.163 g/mL @ 20°C; MP 52°C; BP 238°C; VP=17 Pa (0.12 mm Hg) @ 20°C	Partial
4-Chloronitro- benzene	0.16 ppm (1.03 mg/m ³) Ca* 0.1 ppm (0.644 mg/m ³)	yellow crystals; d=1.298 g/mL @ 20°C; MP 83°C; BP 242°C; VP=28 Pa (0.2 mm Hg) @ 30°C	Partial

* - Cancer suspect agent

جدول ۲- خلاصه روش

Chemical	Range Studied ^a (mg/m ³)	$\hat{S}_{rT}$	Bias	Accuracy (±%)	Analytical Range (µg/sample)	LOD (µg/sample)	$\hat{S}_r$	Desorption Efficiency (%)	30-Day Storage (% Rec)
Nitrobenzene	1.98 to 9.60	0.0590	0.0186	12.3	2 to 598	0.6	0.012	98.7	100.2
<i>o</i> -Nitrotoluene	1.97 to 9.86	0.0142	-0.120	21.1	3 to 582	0.8	0.028	98.2	101.2
<i>m</i> -Nitrotoluene	not studied	nd ^b	nd	nd	3 to 579	1.0	0.042	97.5	99.4
<i>p</i> -Nitrotoluene	not studied	nd	nd	nd	9 to 511	2.6	0.061	96.9	99.4
4-Chloro- nitrobenzene	1.98 to 9.92	0.1034	0.0869	27.3 ^c	8 to 595	2.5	0.063	100.3	97.6

^a 30-L air sample

^b Not determined

^c Exceeds the NIOSH accuracy criterion of ± 25% at the 95% confidence level

	شماره روش: ۱۰۲۶ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/مارس/۲۰۰۳	پارا-کلروبنزوتری فلورید p-CHLOROBENZOTRIFLUORIDE	
RTECS:XS9145000 CAS :98-56-6		فرمول شیمیایی: C7H4ClF3 وزن مولکولی: ۱۸۰/۵۶	
اسامی مترادف: ۴- کلروبنزو تری فلوراید، ۱- کلرو-۴ (ترفلورومتیل) بنزن، ۴- کلروآلفا، آلفا، آلفا تر فلوروتولون، PCBTF خصوصیات: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۳۹؛ فشار بخار ۵/۳ میلی متر جیوه (در °C ۲۰؛ دانسیته g/mL ۱/۳۵۳ در °C ۲۰ ارزیابی: جزئی			
حدود مجاز OSHA: منتشر نشده است NIOSH: منتشر نشده است ACGIH: منتشر نشده است (1 ppm = 7.41 mg/m)			
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: پارا کلروبنزوتری فلورید حلال جداسازی: ۱ mL دی سولفید کربن و متانول با نسبت (۹۹:۱) حجم تزریق: ۱ µL دمای تزریق: °C ۲۵۰ دمای آشکار ساز: °C ۳۰۰ دمای ستون: °C ۴۰ به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۵۰ درجه با نرخ (°C/min) ۱۰ گاز حامل: هلیوم : mL/min ۲/۸ ستون: موئین، پر شده با سیلیکا، با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر و فیلم ۱ میکرومتری دی متیل پلیسیلوکسان کالیبراسیون: محلول p-CBTF حد تشخیص برآورد شده: ۰/۶ میکروگرم در نمونه دامنه: ۱/۸ تا ۶۷۶ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{SD_r}$): ۰/۰۱۳۱		نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ میلی گرم دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min حداقل حجم: ۰/۱ لیتر حداکثر حجم: ۱۰ لیتر (۲۵ پی پی ام) روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: معمولی ماندگاری نمونه: ۷ روز در دمای °C ۲۵، ۳۰ روز در دمای °C ۵ نمونه های شاهد: ۱۰٪ تعداد نمونه	

احتیاط‌های ویژه دی سولفیدکربن ماده ای سمی خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). متانول با سمیت متوسط و قابل اشتعال می باشد p-CBTf ماده حساسیت زا می باشد. کار با این مواد فقط زیر هود و با تجهیزات حفاظت فردی مناسب باید انجام شود.	صحت محدوده مطالعه: تعیین نشده است. تورش: تعیین نشده است دقت کلی S_{T-T}: تعیین نشده است صحت: تعیین نشده است
کاربرد محدوده کاری پارا کلروبنزوتری فلورید ppm ۰/۰۲۴ تا ۹/۱۵ (۰/۱۷۸ تا ۶۷/۸ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۱۰ لیتر نمونه هوا می باشد.	
مداخله‌گرها هر ترکیبی که مدت زمان نگهداری مشابهی دارد، ممکن است با آنالیت مورد نظر تداخل نماید.	
روش‌های دیگر تعیین نگردیده است.	
تجهیزات ✓ نمونه‌بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و درپوش پلاستیکی. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که تو سط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله ها بصورت تجاری موجود می باشد. ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکار ساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون موئین پر از سیلیس Rtx-1 یا معادل آن ✓ ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۱/۸ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE. ✓ سرنگ های ۱۰ میکرولیتری تا ۱ میلی لیتری ✓ بالن ژوژه ۱۰ و ۲۵۰ میلی لیتری در سایز های مختلف ✓ پیپت در سایزهای مختلف	مواد شیمیایی مصرفی • پارا کلرو بنزن تری فلوراید ۹۸٪ • دی سولفید کربن؛ با درجه بنزن پایین • متانول با خلوص HPLC • هلیوم خالص • هوای از پیش فیلتر شده و خالص • هیدروژن، خالص • محلول مادر کالیبراسیون ۵، میکرولیتر از پی کلروبنزن تری فلوراید را به ۱۰ میکرو لیتر حلال جداسازی اضافه نمایید.
نمونه برداری: ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ L/min و ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۰/۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید. ۴. درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه: ۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های شیشه ای جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.	

۶. ۱ mL از حلال دی سولفید کربن و متانول (۹۹:۱) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت:

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره مورد نظر را پوشش دهد، کالیبره نمایید. باید گستره بین LOD تا ۱۰ برابر LOQ باشد.
- الف. مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن و متانول (۹۹:۱) اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).
- ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم p-CBTF).
۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
- الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- ب. مقدار مشخصی از محلول مادر آنالیت را به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید.
- ج. به منظور تعادل چند دقیقه صبر کرده سپس درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید.
- د. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- و. نمودار راندمان جذب در برابر میکروگرم p-CBTF باز یافت شده ترسیم کنید.

سنجش:

۱۰. دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفید کربن و متانول (۹۹:۱) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
۱۱. مساحت پیک را محاسبه کنید.

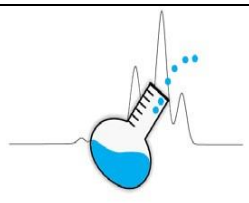
محاسبات:

۱۲. جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد.
۱۳. غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

منابع

- [1] Pendergrass SM [2000]. Backup Data for p-Chlorobenzotrifluoride Method Development, NIOSH/CEMB, Cincinnati, OH., (NIOSH, unpublished report July).
- [2] OCC [1998]. Material safety data sheet for p-chlorobenzotrifluoride. Dallas, Texas: Occidental Chemical Corporation, May.

	پروپیلن اکسید PROPYLENE OXIDE	شماره روش: ۱۶۱۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۵ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
CAS :75-56-9 RTECS :TZ2975000		فرمول شیمیایی: C₃H₆O وزن مولکولی: ۵۸/۰۸
اسامی مترادف: ۱-۲ اپوکسی پروپان ، متیل اکسیرن خصوصیات: مایع؛ نقطه جوش ۳۴ °C ؛ نقطه ذوب -۱۰۴ °C ؛ فشار بخار ۵۹ kPa (در ۲۰ °C ؛ دانسیته ۰/۸۲۸۷ g/mL در ۲۰ °C ؛ گستره انفجار ۲/۱ تا ۳۷ درصد حجمی در هوا ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز ۱۰۰ ppm:OSHA NIOSH: کمترین مقدار ممکن (سرطانزا) گروه اول آفت کش ها ۲۰ ppm:ACGIH (1 ppm = 2.37 mg/m³ in NTP)		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: پروپیلن اکسید محلول باز جذب: 1 mL دی سولفید کربن به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵μL دمای تزریق: ۱۹۰ °C دمای آشکار ساز: ۲۲۵ °C دمای ستون: ۴۰ °C به مدت ۶ دقیقه، تا ۲۵۰ درجه با نرخ (۵۰ °C/min) گاز حامل: نیتروژن، ۱ mL/min تا ۲۹ mL/min جهت پاکسازی ستون: موئین پر شده با سیلیس با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر و DB-5 به ضخامت یک میکرومتر کالیبراسیون: اکسید پروپیلن در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: ۰/۰۱ میلی گرم در نمونه دامنه: ۰/۰۳ تا ۳ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۲۹ در ۰/۶ تا ۲/۴ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ میلی گرم دبی: ۰/۲ - ۰/۰۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۰/۵ لیتر در ۱۰۰ پی پی ام حداکثر حجم نمونه برداری: ۵ لیتر روش انتقال نمونه: منجمد ماندگاری نمونه: تعیین نشده است. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه دی سولفید کربن ماده ای سمی، خطرناک، قابل اشتعال و انفجار می باشد (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). اکسید پروپیلن مشکوک به سرطانزایی و شدیداً قابل اشتعال می باشد (نقطه اشتعال ۳۷ درجه سانتیگراد) هگزان شدیداً قابل اشتعال است کار با این مواد فقط زیر هود باید انجام شود.	صحت محدوده مورد مطالعه: ۱۲۱ تا ۴۸۲ میلی گرم بر متر مکعب (۵ لیتر نمونه) تورش: ۱/۸٪ دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۸۵ صحت: ۱۱/۹ ±
کاربرد محدوده کاربرد ppm ۸ تا ۲۹۵ (۲۰۰ تا ۷۰۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر ۵ لیتر نمونه هوا می باشد.	
مداخله گر ها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است.	
روش های دیگر این روش ۷۵S را تصحیح می کند.	
تجهیزات ✓ نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با شعله بسته شده و درپوش پلاستیکی. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (۶۰۰ درجه تهیه شده) (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها بصورت تجاری موجود می باشد. ✓ پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ✓ ظرف جهت حمل یا کیسه های یخ ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ✓ ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ✓ پیپت ۱ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • پروپیلن اکسید (PrO) • دی سولفید کربن؛ با خلوص کروماتوگرافی • هگزان؛ با خلوص آزمایشگاهی • محلول استوک راندمان واجذب، ۱۵۰ mg/mL در هگزان • محلول استوک کالیبراسیون، ۱۰ میلی گرم در میلی لیتر در دی سولفید کربن • نیتروژن، خالص • هیدروژن، خالص • هوای فیلتر و فشرده شده
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۱ - ۰/۲ L/min برای عبور حجم هوای ۰/۵ تا ۵ لیتر انجام دهید.	

۴. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با در ظروف عایق بندی شده به همراه کیسه ای یخ جهت انتقال بسته بندی کنید. تا مقصد سرد نگهدارید

آماده سازی نمونه

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۶. ۱ mL دی سولفید کربن به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۳ میلی گرم اکسید پروپیلن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

الف. مقدار مشخصی از اکسید پروپیلن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن به حجم برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم اکسید پروپیلن).

۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبرا سیون، تعیین کنید. سه

لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب را مستقیماً به محتوای بخش جلویی

لوله تزریق کنید.

ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

د. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲

اندازه گیری). و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم اکسید پروپیلن بازیافت شده ترسیم کنید.

۱۰. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبرا سیون و نمودار راندمان بازجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با دی سولفید کربن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب

ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

منابع

[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S75, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as GPO Stock #017-033-00231-2 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402. [2] DataChem, Inc. NIOSH Sequences #6599, 6722, 6723 (unpublished, 1989). [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S75, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ.

(NIOSH) 77-157-B (1977). [4] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-00337-8 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

	پیریدین PYRIDINE	شماره روش: ۱۶۱۳ تاریخ انتشار شماره ۱: ۱۵/آگوست/۱۹۸۷ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
CAS: ۱۱۰-۸۶-۱ RTECS :UR8400000		فرمول شیمیایی: C₅H₅N وزن مولکولی: ۷۹/۱۰
اسامی مترادف: آزین، آزابنزن خصوصیات: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۱۵؛ نقطه ذوب °C -۴۲؛ فشار بخار ۱۸ mmHg (۲/۴ %v/v) در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۹۸۲ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۲/۴ درصد حجمی در هوا ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA:5 ppm NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide ACGIH: 5 ppm (1 ppm = 3.23 mg/m³ in NTP)		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: پیریدین محلول باز جذب: ۱ mL متیلن کلراید، به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵μL دمای تزریق: °C ۲۶۰ دمای آشکار ساز: °C ۲۸۵ دمای ستون: ۱۴۰ درجه گاز حامل: نیتروژن با دبی ۳۰ mL/min ستون: استیل، با قطر داخلی 30 m × 3mm پر شده با کربووکس ۵ درصد ۲۰ مولار با مش ۱۰۰/۸۰ و کروموزورب W شسته شده با اسید DMCS کالیبراسیون: محلول‌های استاندارد پیریدین در متیلن کلراید دامنه: ۰/۳ تا ۴/۵ میلی گرم در نمونه حد تشخیص برآورد شده: ۰/۲ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۱۴ تا ۰/۸ در ۳/۱ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۱-۱ l/min حداقل و حداکثر حجم: ۱۵۰ و ۱۸ لیتر روش انتقال نمونه: معمول و عادی ماندگاری نمونه: تعیین نشده نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	
احتیاط‌های ویژه پیریدین در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و چشم می‌تواند موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی شود، همچنین می‌تواند	صحت محدوده مورد مطالعه: ۷/۶ تا ۳۰ میلی گرم بر متر مکعب (۱۰۰ لیتر نمونه) تورشن: ۹/۲٪	

آسیب کبدی و کلیوی را به همراه داشته باشد. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است.	دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۵۹ صحت: $\pm 19/8\%$
کاربرد محدوده کاربرد ppm ۱ تا ۱۴ (۳ تا ۴۵ میلیگرم در مترمکعب) برای هر ۱۰۰ لیتر نمونه هوا می باشد.	
مداخله گر ها هیچ مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی یا جداسازی ممکن است برای جلوگیری از تداخل تغییر کند. (به عنوان مثال: ستون موئین $30\text{ m} \times 0.32\text{ mm}$ با ۱ میکروگرم DB-5 در ۵۰ درجه سانتی گراد).	
روش های دیگر این روش روش S161 را اصلاح می کند.	
تجهیزات ✓ نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی mm ۶ و قطر داخلی mm ۴؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی 1 L/min نباید از $3/4\text{ kPa}$ بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند. ✓ پمپ نمونه برداری فردی با دبی $1 - 0/1\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون ✓ ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ✓ پیپت TD ۱ میلی لیتری ✓ ترازو آزمایشگاهی	مواد شیمیایی مصرفی • متیلن کلراید (CH_2Cl_2)؛ با خلوص کروماتوگرافی • پیریدین؛ با خلوص آزمایشگاهی • هگزان؛ با خلوص کروماتوگرافی • محلول استوک راندمان واجذب، 300 mg/mL؛ ۳ گرم (معادل $3/1$ میلی لیتر) پیریدین را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید. • نیتروژن، خالص • هیدروژن، از پیش خالص • هوای فیلتر و فشرده شده
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $1 - 0/1\text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱۸ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید. ۴. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه ۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید. ۶. 1 mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.	

نکته: در این مرحله می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند تولوئن را نیز اضافه کنید.

۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی کالیبره کنید.

الف. مقادیر مشخص پیریدین را به CH_2Cl_2 در بالون ژوژه ۱۰ میلی لیتری اضافه کرده و به حجم برسانید.

نکته: در صورت لزوم می توانید با رقیق سازی مرحله ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره $4/5 \text{ mg/mL} - 0.2$ آماده کنید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم پیریدین).

۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.

ب. متوسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.

ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

د. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۱۲ اندازه گیری).

و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم پیریدین باز یافت شده ترسیم کنید.

۱۰. سه شاهد و سه آنالیت اسپایک شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط ذکر شده در بالا 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با CH_2Cl_2 رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد

غلظت بر حسب C (mg/m^3)، میزان پیریدین در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر (V).

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V} \text{ mg/m}^3$$

منابع

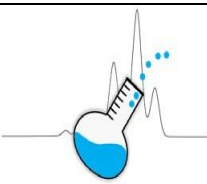
[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S161, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as Stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.

[2] UBTL, Inc. Report, NIOSH Sequences 4949-K (unpublished, May 24, 1985) and 3030-K (unpublished, July 20, 1981).

[3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3, S161, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).

[4] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as Stock #PB83-154609 from NTIS, Springfield, VA 22161.

[5] Merck Index, 10th ed., Merck & Co., Rahway, NJ (1983). [6] NIOSH Current Intelligence Bulletin 46, U.S. Department of Health and Human Services, Publ. (NIOSH) 86-114 (1986).

	ترپن ها TERPENES	شماره روش: ۱۵۵۲ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۹۶
RTECS: جدول شماره ۱ CAS: جدول شماره ۱		فرمول شیمیایی: C₁₀H₁₆ وزن مولکولی: ۱۳۶/۲۴
اسامی مترادف: (1) limonene, d-, l-: cinene (2) α-pinene: 2-pinene (3) β-pinene: nopinene, pseudopinene (4) 3-carene: isodiprene خصوصیات: جدول ۱ ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: ارائه نشده است. NIOSH: ارائه نشده است. ACGIH: ارائه نشده است. 1ppm= ۵/۵۷ mg/m³ in NTP		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: limonene, β-pinene, α-pinene, 3-carene حلال جداسازی: ۱ mL دی سولفید کربن، با زمان ماند ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱ μL دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: ۳۵ تا ۱۳۵ درجه سانتی گراد با نرخ (۱۰ °C/min) گاز حامل: هلیوم با دبی ۳۰ mL/min ستون: Stabilwax با قطر داخلی ۰/۵۳ و طول ۳۰ متر با فیلم به ضخامت ۳ میکرومتر کالیبراسیون: محلول های ترپنس در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: جدول ۲ حدود مقدار: ۲ تا ۴۸۰ میکروگرم در نمونه دقت (S_r): جدول ۲	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل حجم: ۲ لیتر در ۱۰۰ میلی گرم بر مترمکعب حداکثر حجم: ۳۰ لیتر در ۱۰۰ میلی گرم بر مترمکعب روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: ۳۰ روز در ۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (-30°C = نقطه اشتعال)، و فقط در زیر هود با آن کار کنید.	صحت دامنه مطالعات: تعیین نشده است. بایاس: تعیین نشده است. دقت کل ($S^{\wedge} rT$) : تعیین نشده است. صحت: تعیین نشده است.
کاربرد محدوده کاری ۰/۰۲ تا ۳۶ ppm (۰/۱۳ تا ۲۰۰ میلی گرم بر مترمکعب) برای هر نمونه ۱۵ لیتری است. این روش ممکن است برای سایر ترپن های تک حلقه ای و دوحلقه ای که ماندگاری قابل قبول را در لوله های زغال فعال و دی سولفید کربن (حلال جداسازی) نشان می دهد، قابل استفاده باشد.	
مداخله گر ها سایر ترپن ها یا ترکیبات با زمان نگهداری مشابه ممکن است مداخله نمایند. همچنین امکان تداخل با پیک‌ها از تجزیه مجدد برخی از ترپن های نگهداری شده به مدت طولانی بر روی زغال فعال یا دی اکسید کربن وجود دارد.	
روش های دیگر این یک روش جدید برای تعیین چهار ترپن است. دیگر محققان روش برای ترکیبات تکی ترپن را توسعه داده اند.	
تجهیزات - نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در 600°C (بخش جلویی: ۱۰۰ mg، بخش عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه قبل از بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. - پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف - دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون - شیشه های ویال نمونه گیر ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - پیپت با سایزهای مختلف جهت آماده سازی استانداردها - سرنگ های کوچک و ۱۰ و ۲۵ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرومتر - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال: کربن دی سولفید با خلوص کروماتوگرافی • Limonene با خلوص آزمایشگاهی • α-pinene با خلوص آزمایشگاهی • β-pinene با خلوص آزمایشگاهی • 3-Carene با خلوص آزمایشگاهی • هلیوم از پیش خالص شده • هیدروژن تصفیه شده • هوای فیلتر شده و خشک
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. ۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. ۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$ برای حجم کل ۲ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.	

۴. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید. نکته: در ۵ درجه سانتیگراد نگهداری نموده و تا حد امکان جهت کاهش ریسک تصفیه مجدد سریعاً آنالیز نمایید (به بخش ارزیابی روش مراجعه کنید).
آماده سازی نمونه ۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود. ۶. ۱ mL دی سولفید کربن به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. ۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.
کالیبراسیون و کنترل کیفیت ۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۲ تا ۱۰۰۰ میکروگرم ترپنتین در هر نمونه را پوشش دهد کالیبره نمایید. الف. مقدار مشخصی از نمونه را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری). ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم آنالیت). ۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبرا سیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. الف. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیاندازید. ب. مقدار مشخصی از نمونه را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید. ج. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید. محلول های فوق را جدا سازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری). د. نمودار راندمان جذب در برابر میکروگرم آنالیت بازیافت شده را ترسیم کنید. ۱۰. سه شاهد و سه نمونه آنالیت spike شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید
سنجش ۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس ۱ 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. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. ۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.
محاسبات ۱۳. جرم برحسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید. اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد. ۱۴. غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) برحسب لیتر (L). $C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$

ارزیابی روش

نمونه گیری و شرایط آنالیز برای هر ترپن از روش های مستقل به دست آمده است. بازیافت توسط لوله های زغال فعال پوست نارگیل با مقدار معینی از هر یک از آنالیت ها در محلول ۲CS تعیین گردید. شش نمونه بردار در هر یک از سه سطح (۲۰، ۶۰ و ۱۰۰ میکروگرم) برای هر ترپن (۱۸ نمونه برای هر یک از آنالیت ها) استفاده شد. داده های بازیافت، LOD حدود تشخیص و اطلاعات ثابت در جدول ۲ آورده شده است. متوسط بازده ها با دقت از ۹۳/۴٪ به ۹۷/۶٪ و انحراف استاندارد نسبی (r) کمتر از ۲٪ برای هر آنالیت محاسبه شده اند. LOD ها در هر نمونه ۰/۳-۰/۶ میکروگرم بود. نمونه هایی که در دمای ۵ درجه سانتیگراد ذخیره می شدند، به مدت ۳۰ روز پایدار بودند.

منابع

- 1] Searle E [1989]. Determination of airborne limonene vapour by charcoal tube sampling and gas-liquid chromatographic analysis. *Analyst* 114:113-114.
- [2] Konttinen S, Kurtio P, Raunmaa T, Kalliokoski P [1989]. Comparison of methods for analyzing occupational monoterpene exposures. *Chemosphere* 19:1483-1488.
- [3] Pendergrass SM [1992]. Terpene method development. Unpublished report, NIOSH, DPSE, MRSB.
- [4] Stromvall M, Petersson G [1992]. Protection of terpenes against oxidative and acid decomposition on adsorbent cartridges. *J Chromatogr* 589:385-389.
- [5] Kauppinen T [1986]. Occupational exposure to chemical agents in the plywood industry. *Ann Occup Hyg* 30:19-29.

جدول ۱- اطلاعات عمومی

Analyte	CAS #	RTECS #	Properties
limonene (d- & l-)	138-86-3	OS8100000	liquid; d 0.84 g/mL @ 20 °C; BP 175 to 178 °C; FP -95.5 °C; RI 1.474 @ 20 °C; vp 0.280 kPa (2.1 mm Hg) @ 20 °C; vapor density (air=1) 4.7
α-pinene	80-56-8	DT7000000	liquid; d 0.8592 g/mL @ 20 °C; BP 156 to 160 °C; FP -40 °C; RI 1.4663 @ 20 °C
β-pinene	127-91-3	DT5077000	liquid; d 0.8654 g/mL @ 20 °C; BP 164 to 166 °C; RI 1.4739 @ 21 °C
3-carene	13466-78-9	FH8400000	liquid; d 0.8668 g/mL @ 15 °C; BP 168 to 169 °C; RI 1.4723 @ 20 °C

جدول ۲- داده های ترپنت از نمونه های اسپایک

Analyte	n	Recovery (%)	Precision (S _r) ^a	LOD (μg/sample)	Stability - 30 Day storage (% Recovery)	(S _r) ^b
limonene	18	94.9	0.019	0.4	93.2	0.029
3-carene	18	95.4	0.015	0.3	89.0	0.031
α-pinene	18	93.4	0.016	0.6	92.2	0.093
β-pinene	18	97.6	0.019	0.4	95.4	0.045

^a Pooled relative standard deviation for 6 samples at each of 3 concentration levels.
^b Relative standard deviation for 6 samples.

	شماره روش: ۱۶۰۹ شماره ۱: ۱۵/می/۱۹۸۵ شماره ۱: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴	تتراهیدروفوران TETRAHYDROFURAN
CAS: ۱۰۹-۹۹-۹ RTECS: LU5950000	فرمول شیمیایی: C₄H₈O وزن مولکولی: ۷۲/۱۱	
اسامی مترادف: دی اتیلن اکسید، THF خصوصیات: مایع، دانسیته g/mL ۰/۸۸۶ در ۲۰ درجه سانتیگراد، نقطه ذوب °C -۱۰۸، نقطه جوش °C ۶۶، فشاربخار kPa ۱۹/۳ (۱۴۵ میلیمتر جیوه در ۲۰ درجه، ۱۹ درصد حجمی)، دامنه انفجار ۲ تا ۱۱/۸ درصد حجمی هوا ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA: ۲۰۰ ppm NIOSH: ۲۰۰ ppm – (کوتاه مدت: ۲۵۰ ppm) ACGIH: ۲۰۰ ppm – (کوتاه مدت: ۲۵۰ ppm) ۱ ppm در شرایط استاندارد = ۲/۹۵ میلی گرم بر مترمکعب		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: تترا هیدروفوران حلال جداسازی: ۰/۵ دی سولفید کربن، زمان ماند ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۵µL دمای تزریق: °C ۱۹۰ دمای آشکار ساز: °C ۲۵۰ دمای ستون: °C ۱۸۵ گاز حامل: نیتروژن با دبی ۳۰ mL/min ستون: استیل، با قطر داخلی ۶ میلی متر و طول ۱/۲ متر و پر شده با پروپاک Q با مش ۵۰/۸۰ کالیبراسیون: محلول تترا هیدرو فون در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: ۰/۰۵ میلی گرم در هر نمونه دامنه: ۰/۵ تا ۱۳ میلی گرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۱۶ در ۳ تا ۱۱/۸ میلی گرم در هر نمونه	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ – ۰/۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۱ لیتر حداکثر حجم نمونه برداری: ۹ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: تعیین نگردیده است. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه	صحت
تتراهیدروفوران و کربن دی سولفید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار هستند (نقطه اشتعال به ترتیب ۱۷- و ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.	محدوده مورد مطالعه: ۳۲۳ تا ۱۲۴۰ میلی گرم بر متر مکعب (۹ لیتر نمونه) تورش: ۳/۹٪ دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۵۵ صحت: ۱۲/۶±٪

کاربرد

محدوده کاری ۱۰۰ تا ۲۶۰۰ میلی گرم در مترمکعب (۳۴ تا ۸۸۰ ppm) برای یک نمونه هوا ۵ لیتری است.

مداخله‌گرها

در رطوبت‌های بالا ممکن است ظرفیت نمونه‌بردار کاهش یافته و در غلظت‌های پایین‌تر شاهد نشت نمونه باشید. ممکن است ستون برای تعداد زیاد نمونه‌ها مناسب نباشد. کربن دی سولفید برخی از پلیمرهای متخلخل را در خود حل می‌کند. ستون GC جایگزین ۳۰ متر در ۰/۳۲ میلی متر قطر داخلی موئین سیلیکا با پوشش ۰/۵ میکرومتر DBWAX در دمای ۶۰ درجه سانتی گراد می‌باشد.

روش‌های دیگر

این روش اصلاح شده روش ۱۷۸S است.

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
- نمونه‌بردار، لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند. - پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۱-۰/۱ L/min، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف - دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون - ویال‌های شیشه‌ای، ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE - سرنگ‌های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری - بالن ژوزه ۱۰ میلی لیتری - پیپت ۰/۵ میلی لیتری با pipet bulb	- کربن دی سولفید؛ با خلوص کروماتوگرافی - تتراهیدروفوران؛ با خلوص آزمایشگاهی - نیتروژن، خالص - هیدروژن، خالص - هوای فیلتر شده و فشرده

نمونه‌برداری

- پمپ‌های نمونه‌بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- قبل از نمونه‌برداری دوطرف نمونه‌بردار را سریعاً بشکنید و نمونه‌بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه‌بردار فردی متصل کنید.
- نمونه‌برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲-۰/۱ L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۹ لیتر انجام دهید.
- درپوش پلاستیکی نمونه‌بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
۶. 0.5 mL کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی 0.5 تا 13 میلی گرم تتراهیدروفوران را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- الف. مقدار مشخصی از تتراهیدروفوران را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غلظت های در گستره $26 - 0.1 \text{ mg/mL}$ تتراهیدروفوران به حجم برسانید.
- ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم تتراهیدروفوران).
۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۸ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- الف. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
- ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (1 تا 20 میکرولیتر) از تتراهیدروفوران یا محلول استاندارد تتراهیدروفوران در کربن دی سولفید را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- د. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- و. نمودار راندمان جذب در برابر میلی گرم تتراهیدروفوران باز یافت شده ترسیم کنید.
۱۰. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف 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.
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات mg

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تتراهیدروفوران موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
- نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
- محاسبه غلظت (C) تتراهیدروفوران در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C(\text{mg/m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

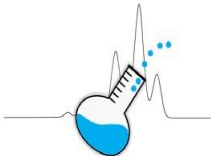
ارزیابی روش

روش ۷۸S در تاریخ ۱۴ فوریه سال ۱۹۷۵ صادر شد. دقت و بایوس با آنالیز اتم های تتراهیدروفوران در هوای خشک حاوی 3.23 ، 6.36 و 12.40 میلی گرم بر متر مکعب در دمای 22.5 درجه سانتیگراد و 763 میلی متر جیوه با استفاده از نمونه های 9 لیتری تعیین شد. غلظت ها با مقایسه با "کیسه" استاندارد با استفاده از یک آنالیزور هیدروکربنی تعیین شد. ثبات ذخیره سازی ارزیابی نشد. پس از نمونه برداری، $13/32$ لیتر هوای آزمایشی خشک که حاوی 11.40 میلی گرم بر مترمکعب در 72 دقیقه در دبی 0.185 لیتر در دقیقه بود، نشت و Breakthrough به بخش جلو لوله زغال فعال مشاهده

گردید. راندمان جذب برای نمونه هایی که دارای تتراهیدروفوران بودند، ۰/۹۱ تا ۰/۹۵ در محدوده ۳ تا ۱۱/۸ میلی گرم تتراهیدروفوران در هر نمونه بود.

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S78, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977), available as GPO Stock #017-033-00231-2, from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.
- [2] User check, UBTL, Inc., NIOSH Sequence #4585-S (NIOSH, unpublished, March 21, 1985).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., Vol. 2, S78, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B. (۱۹۷۷)
- [4] NIOSH/OSHA Occupational Health Guidelines for Chemical Hazards, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 81-123 (1981), available as GPO Stock #017-033-0037-8 from Superintendent of Documents, Washington, DC 20402.

	شماره روش: ۱۵۵۱ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۹۸۴/فوریه/۱۵ شماره ۲: ۱۹۹۴/آگوست/۱۵
CAS: 8006-64-2 RTECS :YO8400000	فرمول شیمیایی: C₁₀H₁₆ وزن مولکولی: ۱۳۶
اسامی مترادف: سقرچوب gumspirits, oil of turpentine, wood turpentine خصوصیات: مایع، نقطه جوش °C ۱۵۰ تا ۱۸۰؛ فشار بخار ۶۷/۰ kPa (۵ میلیمتر جیوه، ۶۵۸۰ ppm) در °C ۲۰، دانسیته ۰/۸۶۰ تا ۰/۸۷۵ در °C ۱۵؛ حد پایین انفجار ۸/۰ درصد حجمی در هوا ارزیابی: کامل	
حدود مجاز OSHA: ۱۰۰ ppm NIOSH: ۱۰۰ ppm گروه سوم آفت کش ها ACGIH: ۱۰۰ ppm ۱ ppm = ۵/۶ mg/m³ در شرایط NTP	
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ترپنتین (تمام ترکیبات) حلال جداسازی: ۱ mL دی سولفید کربن، با زمان ماند ۳۰ دقیقه حجم تزریق: ۱-۵ µL دمای تزریق: °C ۲۲۵ دمای آشکارساز: °C ۲۵۰ دمای ستون: °C ۵۰ تا ۲۵۰ با نرخ (°C/min) ۸ گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن با دبی ۳۰ mL/min ستون: شیشه ای ، ۳ متر در ۶ میلی متر ، ۱۰٪ SP-2100 در ۱۰ درصد با Supelcoport با مش ۱۰۰/۸۰ یا ستون موئین پر شده با سیلیس با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی و طول ۳۰ متر به همراه پوشش DB-1 کالیبراسیون: محلول های بآلک ترپنتین در دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: ۰/۱ میلیگرم در نمونه دامنه: ۰/۵ تا ۲۰ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۱۳	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل حجم نمونه برداری: ۱ لیتر در ۱۰۰ ppm حداکثر حجم نمونه برداری: ۱۰ لیتر روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: حداقل یک هفته در ۲۵ درجه سانتیگراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری نمونه بآلک: ۱ تا ۱۰ میلی لیتر مورد نیاز است.

احتیاط‌های ویژه	صحت
کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (C ° ۳۰ = نقطه اشتعال)، و فقط در زیر هود با آن کار کنید.	دامنه مطالعات: ۲۶۴ تا ۱۱۰۷ میلیگرم بر مترمکعب (نمونه ی ۱۰ لیتری) تورش: ۱/۴٪ دقت کلی ($\overline{S_{T,T}}$): ۰/۰۵۵ صحت: ۱/۴±٪
کاربرد محدوده کاری ۹ تا ۳۶۰ ppm (۵۰ تا ۲۰۰۰ میلی گرم در مترمکعب) برای هر نمونه هوا ۱۰ لیتری است. ترپنتین بطور گسترده ای به عنوان حلال در رنگ ها و جلاها و رنگهای لاک استفاده می شود.	
مداخله گر ها اجزای اصلی ترپنتین عبارتند از ایزومرهای پینن، دیترین و دیگر ترین های C ₁₀ H ₁₆ . مخلوط نفت خام شامل آلکان های C ₉ تا C ₁₁ یا آلکیل های جایگزین بنزن می توانند با مخلوط ترپنتین تداخل ایجاد نمایند. پس برای حداکثر نتیجه باید ستون GC و شرایط بهینه شوند.	
روش های دیگر این روش فرمت تجدید نظر شده ۸۸S می باشد.	
تجهیزات ✓ نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC ST226-01, Supelco ORBO32) یا معادل آن ✓ پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ – ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون ✓ شیشه های ویال ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ پیپت ۱ میلی لیتری با pipet bulb ✓ سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ µL ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال: کربن دی سولفید با خلوص کروماتوگرافی ۰/۱ درصد حجمی اکتان، ۰/۸ درصد حجمی آن دکان، یا سایر استانداردهای داخلی مناسب • نمونه بالک ترپنتین • هلیوم یا نیتروژن خالص شده • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوای فشرده شده
نمونه برداری ۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	

۲. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ برای حجم کل نمونه ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

۴. درپوش پلاستیکی (لاستیکی نباشد) نمونه بردار گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لابه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

نکته: اگر ارزیابی آئروسول مورد نیاز می باشد پشم شیشه را نگهدارید.

۶. 1 mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۲۰ میلی گرم ترپنتین در هر نمونه را پوشش دهد کالیبره نمایید.

الف. مقدار مشخصی از نمونه بالک ترپنتین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با دی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مجموع ناحیه های پیک ترپنتین به سطح پیک استاندارد داخلی).

۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. بخش عقبی لوله جاذب نمونه شاهد را جدا و دور بیندازید. مقدار مشخصی از نمونه بالک ترپنتین را توسط سرنگ میکرولیتری به بخش جلویی هر زغال فعال تزریق نمایید.

ب. درپوش را گذاشته و به مدت یک شب رها کنید. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).

ج. نمودار راندمان جذب در برابر میکروگرم ترپنتین بازیافت شده را ترسیم کنید.

۱۰. سه شاهد و سه نمونه آنالیت spike شده برای اطمینان از تحت کنترل بودن نمودار کالیبراسیون و راندمان جذب را آنالیز نمایید.

سنجش

۱۱. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول تنظیم کرده و سپس ۱ 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید. (مساحت آنالیت را بر مساحت استاندارد داخلی در همان کروماتوگرام تقسیم نمایید)

نکته: برای نشان دادن تفاوت های کیفی و تداخل احتمالی کروماتوگرافی نمونه های هوا و نمونه های بالک را مقایسه نمایید.

محاسبات

جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد

غلظت بر حسب (mg/m^3) C، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده برحسب لیتر (V).

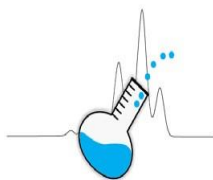
$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

ارزیابی روش

روش S88 در تاریخ ۱۴ مارس ۱۹۷۵ با استفاده از نمونه های هوای ۱۰ لیتر از ۲۶۴ تا ۱۱۰۷ میلی گرم در مترمربع در دمای ۲۴ درجه سانتیگراد و ۷۶۶ میلی متر جیوه تأیید شد. روغن ترپنتین توسط (شرکت فیشر علمی، BP ۱۵۰ تا ۱۷۰ درجه سانتیگراد؛ ۰/۸۶۸D (g/mL) با تزریق آن در هوای خشک توسط سرنگ کالیبره شده دوبار تأیید گردید. دقت کل با میانگین بازیافت ۹۹٪ بدون تورش غیرقابل توجهی ۰/۰۵۵ بود. راندمان بازجذب در محدوده ۲/۸ تا ۳/۱۱ میلی گرم در هر نمونه ۰/۹۵ بود. ستون کروماتوگرافی مورد استفاده استیل به ابعاد ۶ فوت در ۱/۸ اینچ پر شده با ۱/۵٪ OV-۱۰۱ روی Chromosorb W با مش ۱۲۰/۱۰۰ بود. نفوذ و Breakthrough (۵ درصد در بخش پشتی) در زمان ۱۲۶ دقیقه در هنگام نمونه برداری از هوای محتوای ۱۱۰۷ میلیگرم بر مترمکعب ترپنتین با دبی ۰/۱۹ لیتر بر دقیقه و رطوبت نسبی صفر درصد اتفاق افتاد.

منابع

- [1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S88, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).
- [2] User check, UBTL, NIOSH Sequence #4121-O,P (unpublished, December 2, 1983).
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 2., S88, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).

	شماره روش: ۱۰۰۳، شماره ۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۳: ۱۵/مارس/۲۰۰۳	هیدروکربن های هالوژنه HYDROCARBONS, HALOGENATED
وزن مولکولی: جدول شماره ۲		CAS و RTECS: جدول شماره ۱
اسامی مترادف: جدول شماره ۱ خصوصیات: جدول شماره ۲ ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA/NIOSH/ACGIH: جدول شماره ۱		
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: لیست شده در بالا محلول استخراج: ۱ mL دی سولفید کربن، به مدت ۳۰ دقیقه حجم تزریق: 1 μL دمای تزریق: گروه ۱: ۲۰۰ °C، گروه ۲: ۲۲۵ °C دمای آشکار ساز: گروه ۱: ۲۵۰ °C، گروه ۲: ۲۵۰ °C دمای ستون: گروه ۱: ۳۵ °C به مدت ۳ دقیقه، تا ۱۵۰ درجه با نرخ (۸ °C/min)، گروه ۲: ۳۵ °C به مدت ۳ دقیقه، تا ۱۹۰ درجه با نرخ (۸ °C/min) گاز حامل: هلیوم (گروه ۱: با دبی ۱/۶ و گروه ۲: با دبی ۴/۷ میلی لیتر بر دقیقه) ستون: گروه ۱: موئین پر شده با سیلیکا با قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر و طول ۳۰ متر با فیلم به ضخامت ۱/۸ میکرومتر دی متیل / دی متیل پلی سیلوکسان ، Rt_x® -502.2 یا معادل آن. گروه ۲: موئین پر شده با سیلیکا با قطر داخلی ۰/۵۳ میلی متر و طول ۳۰ متر با فیلم به ضخامت ۳ میکرومتر ۳۵٪ دی فنیل - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوکسان ، Rt_x® -35 یا معادل آن کالیبراسیون: محلول استاندارد با اضافه کردن دی سولفید کربن حد تشخیص برآورد شده: جدول شماره ۴ دامنه: به بخش روش ارزیابی مراجعه کنید. دقت ($\overline{SD}$): جدول شماره ۴	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال از جنس پوست نارگیل با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: ۰/۲ - ۰/۱ l/min حداقل و حداکثر حجم نمونه برداری: جدول شماره ۳ روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: ۳۰ روز نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد برای هر نمونه برداری	

احتیاط‌های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (-30°C = نقطه اشتعال)، و فقط در زیر هود با آن کار کنید. برخی از ترکیبات مشکوک به سرطانزایی می باشند در هنگام کار از لباس‌های محافظ مناسب از جمله دستکش، عینک ایمنی، و روپوش آزمایشگاهی استفاده کنید.	صحت محدوده مورد مطالعه، تورش، دقت کلی ($\overline{SD_T}$) و صحت: به بخش ارزیابی روش مراجعه شود.
کاربرد برای محدوده کار به جدول شماره ۳ مراجعه کنید. این روش می‌تواند برای تعیین دو یا بیشتر آنالیت‌ها با بکارگیری هر دو ستون مویی ذکر شده با تغییر پارامترهای آنالیز بکار گرفته شود. رطوبت بالا در طول نمونه برداری باعث کاهش حجم نشت کلی می‌شود.	
مداخله‌گرها هیچ مداخله‌گری شناسایی نشده است، اما با افزایش تعداد نمونه‌ها احتمال تداخل افزایش می‌یابد. برای رفع مشکل تداخل انتخاب ستون‌های موئین یا پارامترهای تجزیه‌ای را می‌توان اصلاح کرد.	
روش‌های دیگر این روش ترکیب یا جایگزینی از روش‌های NIOSH ۱۰۰۳، شماره ۲/۱۵/۱۸۴ است. روش NIOSH ۱۰۲۲ تری کلرواتیلن در بروزرسانی این روش گنجانده شده است. بهبود روش‌ها شامل بهبود بیشتر در بازیابی نمونه‌های با میزان کمتر، حد تشخیص، حد تعیین کیفی است.	
تجهیزات: ✓ نمونه بردار، لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ۲۰ و ۴۰ میلی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در 600°C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند (به عنوان مثال SKC#226-01، Lot#2000 و انواع مشابه). ✓ پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۰/۲ – ۰/۱ L/min، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف. ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت‌کننده نمودار، و ستون ✓ ویال شیشه‌ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری ✓ سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری تا ۱ میلی لیتری، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری. ✓ پیپت ۲ میلی لیتری، به همراه pipet bulb	مواد شیمیایی مصرفی • کربن دی سولفید، با خلوص کروماتوگرافی • آنالیت، خالص • نیتروژن یا هلیوم تصفیه شده • هیدروژن پیش تصفیه شده • هوای فیلتر شده
نمونه‌برداری ۱. پمپ‌های نمونه‌برداری فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه‌بردار را نیز به پمپ متصل کنید.	

۲. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ - ۰/۱ L/min برای حجم کل نمونه در جدول ۲ انجام دهید.

۴. درپوش نمونه بردار را گذاشته و آن را جهت انتقال به دقت بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

۶. ۰/۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی کمتر از حد آشکارسازی (LOD=0.6) تا ۱۰ برابر حد کمی سازی (LOQ=110) یا بیشتر از آن (در صورت لزوم) را پوشش دهد کالیبره کنید. (جدول شماره ۳)

الف. مقدار مشخصی از آنالیت یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم برسانید.

ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید. (مراحل ۱۱ و ۱۲).

ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک و میکروگرم آنالیت).

۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

الف. محتوای بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.

ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از آنالیت خالص یا محلول استاندارد را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.

ج. درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

د. محلول های استاندارد را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و با هم مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱-۱۲).

و. نمودار راندمان جذب و میکروگرم آنالیت را ترسیم کنید.

۱۰. سه پیک مجهول کنترل کیفی و سه پیک آنالیت را برای اطمینان از تحت کنترل بودن منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط صفحه اول 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۱۲. مساحت پیک را محاسبه کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزیابی روش

ارزیابی آزمایشگاهی فعلی آنالیت ها که در این روش ذکر شده، شامل ترکیب ستون های موبین کروماتوگرافی، بهبود مقادیر LOD / LOQ مطالعه کارایی جذب متغیر از حدود ۳ تا ۵ برابر LOQ حد تعیین کیفی، تا ۰/۱ برابر REL / PEL، و شامل بررسی ثبات وضعیت نگهداری ۳۰ روز می باشد. مطالعه اکثر تحلیل گران در این محدوده ارزیابی شده اند [۴]. با این حال چهار آنالیت ها بهبودی غیر قابل قبول را در پایین ترین سطح ارزیابی کردند [۴]. این آنالیزها شامل بنزیل کلرید، کلروفرم، تتراکلرید کربن و کلربرنزن می باشد. برای این ترکیبات LOQ مطابق با آن تنظیم شده بود. تمام تحلیلی که در طول مطالعه پایداری ذخیره سازی مورد ارزیابی قرار گرفته، پس از نگهداری ۱۴،۷ و ۳۰ روز تعیین شد. ارزیابی اولیه آزمایشگاهی با استفاده از نمونه های پیک و هوای تولید شده با استفاده از SKC Lott 105 زغال چوب از جنس پوسته نارگیل به عنوان جمع آوری کننده انجام شده است.

منابع

- [1] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests, S101, S110, S113, S114, S115, S122, S123, S126, S133, S134, S135, S281, S314, S328, S335, S351, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185, available as Stock No. PB 274-248 from NTIS, Springfield, VA 22161.
- [2] NIOSH [1994]. Hydrocarbons, Halogenated: Method 1003. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [3] NIOSH [1994]. Trichloroethylene: Method 1022. In: Eller, PM, Cassinelli, ME, eds. NIOSH manual of analytical methods. 4th rev. ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control and Prevention, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [4] Pendergrass SM [1998]. Backup Data Report for NMAM 1003, Issue 3 Method Development. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, (unpublished, December).
- [5] NIOSH [1977]. Carbon tetrachloride: Method S314, NIOSH manual of analytical methods, 2nd ed., Vol. 1, Cincinnati, OH: U.S. Department of Health, Education, and Welfare, (NIOSH) Publication 77-157-A.
- [6] Ibid., S133.
- [7] Ibid., S113.
- [8] Ibid., Vol 3., S351, (NIOSH) Publication 77-157-C.
- [9] Ibid., S135.
- [10] Ibid., S281.
- [11] Ibid., Vol. 2, S123, (NIOSH) Publication 77-157-A.
- [12] Ibid., S110.
- [13] Ibid., S122.
- [14] Ibid., Vol 3, S328, (NIOSH) Publication 77-157-C.
- [15] Ibid., S335.
- [16] Ibid., Vol. 2, S134, (NIOSH) Publication 77-157-A.
- [17] Ibid., S126.

جدول ١ - اطلاعات عمومی

Compound RTECS	Synonyms	OSHA/NIOSH/ACGIH (ppm)
Group A		
Bromoform (CHBr ₃); PB5600000	tribromomethane; CAS #75-25-2	0.5 (skin)/0.5 (skin)/0.5 (skin)
Carbon tetrachloride ^{ab} (CCl ₄); FG4900000	tetrachloromethane; CAS #56-23-5	10, C 25/STEL 2 (1 h)/5 (skin)
Chlorobenzene (C ₆ H ₅ Cl); CZ0175000	monochlorobenzene; phenyl chloride; CAS #108-90-7	75/—/10
Chloroform ^{ab} (CHCl ₃); FS9100000	trichloromethane; CAS #67-66-3	C 50/STEL 2/10
1,1-Dichloroethane (CH ₃ CHCl ₂); KI0175000	ethylidene chloride; CAS #75-34-3	100/100/100
Ethylene dichloride ^{ab} (ClCH ₂ CH ₂ Cl); KI0525000	1,2-dichloroethane; CAS #107-06-2	50, C 100/1, STEL 2/10
Tetrachloroethylene ^{ab} (Cl ₂ C=CCl ₂); KX3850000	perchloroethylene; CAS #127-18-4	100, C 200, P 300/0.4 (LOQ)/ 25, STEL 100
Trichloroethylene ^a (ClCH=CCl ₂); KX4550000	ethylene trichloride; trichloroethene; CAS # 79-01-6	100 ppm (Ca 200 ppm)/Ca 50 ppm
1,1,1-trichloroethane (CH ₃ CCl ₃); KJ297500	methyl chloroform; CAS #71-55-6	350/C 350/350, STEL 450
Group B		
Benzyl chloride ^a (C ₆ H ₅ CH ₂ Cl); XS8925000	(chloromethyl) benzene; α-chlorotoluene; CAS #100-44-7	1/C 1.0/1
Chlorobromomethane (CH ₂ BrCl); PA5250000	bromochloromethane; Halon 1011; CAS #74-97-5	200/200/200
o-Dichlorobenzene ^c (1,2-C ₆ H ₄ Cl ₂); CZ4500000	1,2-dichlorobenzene; CAS #95-50-1	50/C 50/25 (skin); STEL 50
p-Dichlorobenzene ^{ac} (1,4-C ₆ H ₄ Cl ₂); CZ45500000	1,4-dichlorobenzene; CAS #106-46-7	75/1.7 (LOQ)/75, STEL 110
1,2-Dichloroethylene (ClCH=CHCl); KV9360000	acetylene dichloride; 1,2-dichloroethene; CAS #540-59-0	200/200/200
Hexachloroethane ^{ac} (CCl ₃ CCl ₃); KI4025000	perchloroethane; CAS #67-72-1	1 (skin)/1/1 (skin)
1,1,2-Trichloroethane ^{ad} (Cl ₂ CHCH ₂ Cl); KJ3150000	vinyl trichloride; CAS #79-00-5	10 (skin)/10 (skin)/10 (skin)
1,2,3-Trichloropropane ^a (CH ₂ ClCHClCH ₂ Cl); TZ9275000	allyl trichloride; glycerol trichlorohydrin; CAS #96-18-4	50/10 (skin)/10 (skin)
^a Suspect carcinogen [20,21,22]; ^b Group I Pesticide; ^c Group II Pesticide; ^d Group III Pesticide		

جدول ۲- مشخصات فیزیکی

Compound RTECS	M.W.	mg/m ³ = 1 ppm @ NTP	Synonyms	Properties
Group A				
Bromoform (CHBr ₃)	252.75	10.33	tribromomethane	liquid, d 2.887; BP 148 °C; nonflammable
Carbon tetrachloride (CCl ₄)	153.84	6.29	tetrachloromethane	liquid; d 1.585; BP 76.7 °C; FP -23.0 °C; VP 91.3 mm @ 20 °C; vapor density (air = 1) 5.3
Chlorobenzene (C ₆ H ₅ Cl)	112.56	4.60	monochlorobenzene; phenyl chloride	liquid; d 1.105 @ 25 °C; BP 131.6 °C; MP -45 °C; flash pt. 29.4 °C (CC)
Chloroform (CHCl ₃)	119.39	4.88	trichloromethane	liquid, d 1.485 @ 20 °C; BP 61.2 °C; FP -63.5 °C
1,1-Dichloroethane (CH ₃ CHCl ₂)	98.95	4.05	ethylidene chloride	liquid, d 1.174 @ 20 °C; BP 57 to 59 °C; FP -98 °C
Ethylene dichloride (ClCH ₂ CH ₂ Cl)	98.96	4.05	1,2-dichloroethane	liquid; d 1.2554 @ 20 °C; BP 83.5 °C; FP -35.5 °C; flash pt. 13 °C; explosive limits in air 6 to 16%
Tetrachloroethylene (Cl ₂ C=CCl ₂)	165.83	6.78	perchloroethylene	liquid; d 1.625 @ 20 °C; BP 121 °C; FP -22.4 °C
1,1,1-trichloroethane (CH ₃ CCl ₃)	133.42	5.45	methyl chloroform	liquid; d 1.325; BP 75 °C; FP -30.4 °C; nonflammable
Trichloroethylene (ClCH=CCl ₂)	131.40	5.37	ethylene trichloride; trichloroethene	liquid; d 1.459 @ 20°C; BP 87.2°C; FP- 72.8°C; VP 58 mm Hg @ 20°C (9.9 kPa); explosive range 11 to 41% v/v in air
Group B				
Benzyl chloride (C ₆ H ₅ CH ₂ Cl)	126.58	5.17	(chloromethyl) benzene; α-chlorotoluene	liquid; BP 179 °C; MP -48 to -43 °C; d 1.100 @ 20 °C; flash pt. 67 °C
Chlorobromomethane (CH ₂ BrCl)	129.39	5.29	bromochloromethane; Halon 1011	liquid; d 1.93 @ 20 °C; BP 68 °C; MP -88 °C; nonflammable
<i>o</i> -Dichlorobenzene (1,2-C ₆ H ₄ Cl ₂)	147.00	6.01	1,2-dichlorobenzene	liquid; d 1.284; BP 172 to 179 °C; FP -17 °C; flash pt. 65.5 °C
<i>p</i> -Dichlorobenzene (1,4-C ₆ H ₄ Cl ₂)	147.00	6.01	1,4-dichlorobenzene	solid crystals; d 1.458; BP 173.7 °C; MP 53 °C; sublimes; flash pt. 65.5 °C
1,2-Dichloroethylene (ClCH=CHCl)	96.94	3.96	acetylene dichloride; 1,2-dichloroethene	liquid; trans isomer; d 1.257; BP 47 to 49 °C; MP -57°C; cis-isomer; d 1.282; BP 58 to 60 °C; flash pt. 3.9 °C; FP -80 °C
Hexachloroethane (CCl ₃ CCl ₃)	236.74	9.66	perchloroethane	solid; d 2.091; MP 185 °C; BP sublimes at 187 °C
1,1,2-Trichloroethane (Cl ₂ CHCH ₂ Cl)	133.41	5.45	vinyl trichloride	liquid; d 1.4432 @ 20 °C; BP 113.7 °C; FP -36.4 °C; VP 19 mm Hg @ 20 °C
1,2,3-Trichloropropane (CH ₂ ClCHClCH ₂ Cl)	147.43	6.03	allyl trichloride; glycerol trichlorohydrin	liquid; d 1.3888 @ 20 °C; BP 156.2 °C; FP -15 °C; flash pt. 82.2 °C (OC)

جدول ۳- اطلاعات نمونه برداری

Compound	Air Sample Volume (L)			Working Range, ppm, at Max Sample Volume
	Min	Max	Target	
Bromoform	4 @ 0.5 ppm	70	10	0.2 to 4
Carbon tetrachloride	3 @ 10 ppm	150	15	2 to 105
Chlorobenzene	1.5 @ 75 ppm	40	10	10 to 430
Chloroform	1 @ 50 ppm	50	15	2 to 190
1,1-Dichloroethane	0.5 @ 100 ppm	15	10	4 to 250
Ethylene dichloride	1 @ 50 ppm	50	3	16 to 1320
1,1,1-Trichloroethane	0.1 @ 350 ppm	8	3	18 to 1450
Tetrachloroethylene	1.0 @ 100 ppm	40	3	9 to 1900
Trichloroethylene	0.2 @ 100 ppm	30	10	0.3 to 62.1
Benzyl chloride	6 @ 1 ppm	50	10	0.6 to 5.8
Chlorobromomethane	0.5 @ 200 ppm	60	5	18 to 450
o-Dichlorobenzene	1 @ 50 ppm	10	3	16 to 1100
p-Dichlorobenzene	1 @ 75 ppm	8	3	27 to 330
1,2-Dichloroethylene	0.2 @ 200 ppm	5	3	16 to 560
Hexachloroethane	3 @ 1 ppm	70	10	0.3 to 8.3
1,1,2-Trichloroethane	2 @ 10 ppm	60	10	1.8 to 64
1,2,3-Trichloropropane	0.6 @ 50 ppm	60	10	3 to 310

جدول ۴- پارامترهای اندازه گیری

Compound	Limit of Detection (LOD)	Limit of Quantitation (LOQ)	Precision (S _r)
Bromoform	6.0	19.3	0.051
Carbon tetrachloride	4.0	20.0	0.046
Chlorobenzene	0.6	110.0	0.025
Chloroform	0.8	15.0	0.035
1,1-Dichloroethane	2.0	5.1	0.030
Ethylene dichloride	0.7	2.3	0.026
Tetrachloroethylene	2.0	7.1	0.032
1,1,1-Trichloroethane	1.0	3.0	0.009
Trichloroethylene	0.6	1.9	0.018
Benzyl chloride	1.0	4.5	0.076
Chlorobromomethane	1.5	41.0	0.053
o-Dichlorobenzene	0.8	2.7	0.022
p-Dichlorobenzene	2.0	7.5	0.041
1,2-Dichloroethylene	2.0	5.1	0.041
Hexachloroethane	2.0	6.6	0.021
1,1,2-Trichloroethane	1.0	3.0	0.036
1,2,3-Trichloropropane	1.0	2.7	0.020

Units = µg analyte per sample

Note: For a few of the compounds in this method the LOQ values, when compared to the preceding method development results, may appear higher. This can be explained by the fact that in the initial method development no recovery study was conducted at a level near or above the instrumentally determined LOQ recoveries for each analyte.

	شماره روش: ۱۵۰۱ تاریخ انتشار: شماره اول- ۱۵ آوگوست ۱۹۹۰ شماره سوم- ۱۵ مارش ۲۰۰۳
هیدروکربن های آروماتیک AROMATIC HYDROCARBON	
RTECS: جدول شماره ۱ CAS: جدول شماره ۱	فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ وزن مولکولی: جدول شماره ۱
اسامی مترادف (در جدول شماره ۱): گروه ۱: بنزن، تولوئن، اتیل بنزن، o-گزین، m-گزین، p-گزین گروه ۲: کومن، P-تترابوتیل تولوئن، α متیل استیرن، β-متیل استیرن، استیرن خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: کامل	
حدود مجاز مواجهه	
سنجش روش سنجش: گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: هیدروکربن های لیست بالا حلال جداسازی: 1 mL دی سولفید کربن، به مدت 30 min حجم تزریق: ۱ μL دمای تزریق: ۲۵۰ °C دمای آشکار ساز: ۳۰۰ °C دمای ستون: گروه ۱: ۴۰ درجه سانتی گراد (۱۰ دقیقه) تا ۲۳۰ درجه سانتی گراد (۱۰ درجه سانتی گراد به ازای هر دقیقه) گروه ۲: ۳۵ درجه سانتی گراد (۸ دقیقه) تا ۲۲۵ درجه سانتی گراد (۱۰ درجه سانتی گراد به ازای هر دقیقه) گاز حامل: هلیوم-۲،۶ میلی لیتر در هر دقیقه ستون: موئین، پر شده با سیلیکا گروه A: طول ۳۰ متر، قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر، پوشانده با میکرومتر فیلم گروه B: طول ۳۰ متر با قطر داخلی ۵/۳ میلی متر، پوشانده با میکرومتر فیلم نوع ۳۵/۳ دی فنیل و ۶۵/۲ دی متیل پلی سیلوکسان یا معادل آن کالیبراسیون: محلول آنالیت در دی سولفید کربن دامنه: جدول شماره ۴	نمونه برداری نمونه برداری: لوله های جاذب جامد، زغال فعال با مش ۱۰۰/۵۰ mg دبی: جدول شماره ۳ حداقل حجم نمونه برداری: جدول شماره ۳ حداکثر حجم نمونه برداری: جدول شماره ۳ روش انتقال نمونه: معمول ماندگاری نمونه: ۳۰ روز در دمای ۵ درجه سانتی گراد نمونه شاهد: ۱۰ درصد نمونه ها

حد تشخیص برآورد شده: جدول شماره ۴ دقت ($\overline{S}_T$): جدول شماره ۴	
احتیاط‌های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (نقطه اشتعال=۳۰-درجه سانتی گراد). بنزن به عنوان یک ماده سرطانزا در نظر گرفته می‌شود. محلول‌های استاندارد و نمونه‌ها را در زیر هود با تهویه مناسب آماده کنید.	صحت دامنه مطالعات: جدول شماره ۳ LOD برآورد شده: جدول شماره ۳ دقت کلی ($\overline{S}_{PT}$): جدول شماره ۳ صحت: جدول شماره ۳
کاربرد این روش نمی‌تواند برای تعیین مقادیر حدمجاز سقفی و ۸ ساعته برای هیدروکربنهای آروماتیک مورد استفاده قرار گیرد. تداخلات میان نمونه‌ها می‌تواند میزان نشت نمونه را کاهش و بر راندمان جذب تاثیر بگذارد. نفتالین که در اصل با شماره S292 مورد تایید قرار گرفته، شرایط پذیرش حصول ضریب حلال جداسازی و معیارهای نگهداری و پایداری را در سطوح ارزیابی شده این مطالعه ندارد. با این وجود کاربرد این روش برای موارد مشابه نفتالین یا موارد نزدیک REL/PEL نیز قابل قبول است. استاتین نتوانست معیارهای قابل قبول بازیافت را در هر دو سطوح پایین ارزیابی در این مطالعه را بدست آورد (بالاترین سطح ۱۸۱ میکروگرم در نمونه بود).	
مداخله‌گرها زمانی که رطوبت محیط بالا باشد ممکن است در مقادیر پایین تری از نمونه‌ی جذب شده، شاهد نشت نمونه باشیم. سایر ترکیبات آلی فرار از قبیل الکل‌ها، کتون‌ها، اترها و هیدروکربن‌های هالوژنه می‌توانند در آنالیز نمونه‌ها تداخل ایجاد کنند.	
روش‌های دیگر این روش براساس استاندارد NMAM 1501 (NIOSH Manual of Analytical Methods) کتابچه راهنمای روش‌های تحلیلی نایوش) در ۱۵ آوگوست ۱۹۹۴ بروزرسانی شده است.	
تجهیزات ✓ نمونه‌بردار، لوله شیشه‌ای، با طول 7cm، قطر خارجی 6mm و قطر داخلی 4mm که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال ازجنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی ۱۰۰ mg، قسمت عقبی ۵۰mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله‌ها در بازار موجود می باشند. ✓ پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۱ L/min تا ۱۰۰/۱ (جدول شماره ۳) به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف ✓ دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای -یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون ✓ ویال‌های شیشه‌ای، ۱/۸ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ پیپت‌های ۱ میلی لیتری ✓ سرنگ‌های ۱۰، ۲۵، و ۲۵۰ میکرولیتری ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال: کربن دی سولفید، با درصد بنزن پایین، با خلوص کروماتوگرافی • آنالیت، معرف • هلیوم تصفیه و فیلتر شده • هیدروژن تصفیه و فیلتر شده • هوای تصفیه و فیلتر شده

نمونه برداری:

۱. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره نمایید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
۲. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکند و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
۳. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.1$ L/min برای حجم کلی نشان داده شده در جدول شماره ۳ قرار دهید.
۴. در پوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه:

۵. محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه که با بخش جلویی لوله در ویال قرار دارد باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.
۶. ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و در پوش آن را ببندید.
۷. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۸. روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره کمترین حد آشکارسازی LOD تا ۱۰ برابر حد کمی سازی LOQ را پوشش دهد کالیبره کنید. استانداردهای بیشتری احتمالاً جهت منحنی نیاز باشد.
- الف. مقدار مشخصی از محلول آنالیت را در بالون ژوژه ۱۰ میلی لیتری بادی سولفید کربن اضافه کرده و به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- ب. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).
- ج. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم آنالیت).
۹. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید.
- الف. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- ب. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۵ میکرولیتر) از محلول استوک را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- ج. لوله ها را به مدت چند دقیقه رها کرده تا با هوای محیط به تعادل در آید، سپس در پوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- د. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵ تا ۷ آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهد ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- و. نمودار راندمان جذب در برابر میکروگرم آنالیت باز یافت شده ترسیم کنید.
۱۰. حداقل سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

۱۱. دستگاه گاز کروماتوگرافی را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس یک 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.
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از محدوده خطی استاندارد های کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز نمایید، و فاکتور ضریب ترقیق را در محاسبه اعمال کنید.

زمان ماند (دقیقه)

آنالیت

۳/۵۲

بنزن

۶/۱۳

تولون

۱۰/۶۵

اتیل بنزن

۱۲/۹۲	o-گزیلن
۱۱/۳۳	m-گزیلن
۱۱/۰۴	p-گزیلن
۱۸/۶۱	کومن
۲۱/۴۵	p-تترابوتیل تولوئن
۱۹/۹۹	α-متیل استیرن
۲۰/۸۲	B-متیل استیرن
۱۸/۳۳	استیرن

۱۲. مساحت پیک را اندازه گیری کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

اگر $W_b > W_f/10$ باشد احتمال breakthrough و ازدست دادن نمونه وجود دارد.

غلظت (C) بر حسب (mg/m^3)، میزان آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر (L).

$$C(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}$$

ارزشیابی روش

راندمان واجذب، در سطوح مختلف از ۵ برابر **LOQ** تا ۰/۱ برابر **REL** برای هر کدام از نمونه ها بوسیله نمونه های **spike** در (دی سولفید کربن) بر روی لوله زغال فعال اندازه گیری شد. هردو گروه ۱ و ۲ با یکدیگر روی لوله های زغال فعال **spiked** شدند. تمام آنالیت ها، به جز استایرن و نفتالین راندمان واجذب قابل قبولی را در هر پنج سطح ارزیابی نشان دادند. استایرن نتوانست ۷۵٪ معیار قابل قبول در سطوح ۱۸/۱ و ۹۰/۶ میکروگرم را کسب کند. نفتالین نتوانست ۷۵٪ معیار سطوح ارزیابی شده در رنج ۴۸/۸ تا ۹۷۶ میکروگرم را بدست آورد.

منابع

- [1] NIOSH [1984]. Hydrocarbons, Aromatic: Method 1501. In: Eller PM, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods. 4th rev. ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [2] NIOSH [1977]. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 1, P&CAM 127, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-A.
- [3] Ibid, V. 2, S22, S23, S25, S26, S29, S30, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] Ibid, V. 3, S292, S311, S318, S343, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests, S22, S23, S25, S26, S29, S30, S292, S311, S318, S343, U.S. Department of Health, Education, and Welfare; Publ. (NIOSH) 77-18 eng

جدول شماره ۱: مترادف ها، فرمول شیمیایی، وزن مولکولی و خصوصیات

نام ماده/مترادف	فرمول تجربی	وزن مولکولی	نقطه جوش (°C)	فشار بخار در دمای ۲۵ °C (mm Hg)	فشار برحسب کیلوپاسکال	چگالی در دمای ۲۰ °C (g/mL)
بنزن CAS #71-43-2 RTECS CY1400000	C ₆ H ₆	۷۸/۱۱	۸۰/۱	۹۵/۲	۱۲/۷	۰/۸۷۹
p-تترا بوتیل تولوئن CAS #98-51-1 RTECS XS8400000 ۱-تترا بوتیل -۴-متیل بنزن	C ₁₁ H ₁₆	۱۴۸/۲۵	۱۹۲/۸	۰/۷	۰/۰۹	۰/۸۶۱
کومن CAS #98-82-8 RTECS GR8575000 ایزو پروپیل بنزن	C ₉ H ₁₂	۱۲۰/۲۰	۱۵۲/۴	۴/۷	۰/۶۳	۰/۸۶۲
اتیل بنزن CAS #100-41-4 RTECS DA0700000	C ₈ H ₁₀	۱۰۶/۱۷	۱۳۶/۲	۹/۶	۱/۲۸	۰/۸۶۷
α-متیل استیرن CAS #98-83-9 RTECS WL5075300 ایزو پروپیل بنزن (۱-متیل اتیلنل)- بنزن	C ₉ H ₁₀	۱۱۸/۱۸	۱۶۵/۴	۲/۵	۰/۳۳	۰/۹۰۹
β-متیل استیرن CAS #873-66-5 RTECS DA8400500	C ₉ H ₁₀	۱۱۸/۱۸	۱۷۵	-	-	۰/۹۱۱
تولوئن CAS #108-88-3 RTECS XS5250000 متیل بنزن	C ₇ H ₈	۹۲/۱۴	۱۱۰/۶	۲۸/۴	۳/۷۹	۰/۸۶۷
گزین CAS #1330-20-7 RTECS ZE2100000 P گزین (دی متیل بنزن) پارا	C ₈ H ₁₀	۱۰۶/۱۷	۱۴۴/۴	۶/۷	۰/۸۹	۰/۸۸
استیرن CAS #100-42-5 RTECS WL3675000 وینیل بنزن	C ₈ H ₈	۱۰۴/۱۵	۱۴۵/۲	۶/۱	۱/۱۸	۰/۸۶۱
						۰/۹۰۶

نکته: حدمجاز مواجهه شغلی: آخرین نسخه حدود مجاز مواجهه شغلی منتشره توسط مرکز سلامت محیط و کار ملاک عمل می

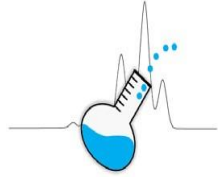
باشد

جدول شماره ۲: فلوی نمونه برداری، حجم، ظرفیت، دامنه، دقت و تورش کلی

نام ماده	نمونه برداری	نفوذ(حجم –غلظت)	دامنه (حداقل – حداکثر)	کلی	صحت				
	دبی (L/min)	حداقل حجم (L)	حداکثر حجم (L)	حجم (L)	غلظت (mg/m3)	mg/m3	تورش (%)	دقت ($\overline{S_{PT}}$)	(±%)
بنزن	≤۰/۲	۵	۳۰	>۴۵	۱۴۹	۴۲–۱۶۵	–۰/۰۴	۰/۰۵۹	۱۱/۴
پارا تترا بوتیل تواوئن	≤۰/۲	۱	۲۹	۴۴	۱۱۲	۲۹–۱۱۹	–۱۰/۳	۰/۰۷۱	۲۰/۷
کومن	≤۰/۲	۱	۳۰	>۴۵	۴۸۰	۱۲۰–۴۸۰	۵/۶	۰/۰۵۹	۱۵/۲
اتیل بنزن	≤۰/۲	۱	۲۴	۳۵	۹۷۱	۲۲۲–۸۸۴	–۷/۶	۰/۰۸۹	۱۷/۱
آلفا متیل استیرن	≤۰/۲	۱	۳۰	>۴۵	۹۴۰	۲۳۶–۹۴۳	–۷/۶	۰/۰۶۱	۱۶/۹
بتا متیل استیرن	≤۰/۲	۱	۳۰	>۴۵	۹۴۰	۲۳۶–۹۴۳	–۷/۶	۰/۰۶۱	۱۶/۹
تولوئن	≤۰/۲	۱	۸	۱۲	۲۲۹۴	۵۴۸–۲۱۹۰	۱/۶	۰/۰۵۲	۱۰/۹
گزیلن (اورتو–متا– پارا)	≤۰/۲	۲	۲۳	۳۵	۸۷۰	۲۱۸–۸۷۰	–۱/۲	۰/۰۶	۱۲/۲
استیرن	<۱	۱	۱۴	۲۱	۱۷۱۰	۴۲۶–۱۷۱۰	–۷/۹	۰/۰۵۸	۱۲/۲

جدول شماره ۳: صحت و دامنه اندازه گیری

نوع ماده	LOD (میکرو گرم در نمونه)	دامنه (mg)	صحت
بنزن	۰/۵	۰/۰۰۴ - ۰/۳۵	۰/۰۰۱۳
پارا تترا بوتیل تولوئن	۱/۱	۰/۰۱۳ - ۱/۰۹	۰/۰۱۷
کومن	۰/۶	۰/۰۳۹ - ۳/۴۶	۰/۰۱۷
اتیل بنزن	۰/۵	۰/۰۴۵ - ۸/۶۷	۰/۰۱۷
آلفا متیل استیرن	۰/۶	۰/۰۳۶ - ۳/۵۷	۰/۰۱۴
بتا متیل استیرن	۰/۶	۰/۰۳۶ - ۰/۷۲۸	۰/۰۱۴
تولوئن	۰/۷	۰/۰۲۴ - ۴/۵۱	۰/۰۲۲
اور تو گزیلن	۰/۸	۰/۰۴۴ - ۱۰/۴	۰/۰۱۴
متا گزیلن	۰/۸	۰/۰۴۳ - ۰/۸۶۴	۰/۰۱۳
پارا گزیلن	۰/۷	۰/۰۴۳ - ۰/۸۶۱	۰/۰۱۵
استیرن	۰/۴	۰/۱۸۱ - ۸/۴۹	۰/۰۱۴

	۱-۱-دی کلرو-۱-نیترو اتان 1-1-DICHLORO-1-NITROETHANE	شماره روش: ۱۶۰۱ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵ فوریه ۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵ آوگوست ۱۹۹۴
CAS: 594-72-9 RTECS: KI1050000		فرمول شیمیایی: H3CC(Cl)2NO2 وزن مولکولی: ۱۴۳/۹۶
مترادف‌ها: دی کلرو نیترو اتان خصوصیات: مایع با دانسیته ۱,۴۰۵ g/mL در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد) - نقطه جوش ۱۲۴ درجه سانتی گراد - فشار بخار ۲ کیلو پاسکال (۱۵ mmhg) ۲٪ حجمی در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد) ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: C 10 ppm NIOSH 2 ppm ACGIH: 2 ppm		
سنجش دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID ترکیبات آنالیت: ۱ و ۱۰ دی کلرو-۱-نیترو اتان محلول باز جذب: امیلی لیتر دی سولفید کربن - پس از ۳۰ دقیقه حجم تزریق: دما: تزریق: ۲۲۵ درجه سانتی گراد آشکار ساز: ۲۵۰ درجه سانتی گراد ستون: ۷۰ درجه سانتی گراد گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم - ۳۰ میلی لیتر در دقیقه ستون: طول ۳ متر با قطر ۳ میلی متر از جنس استیل، آغشته به کروموزوب WHP با مش ۱۰۰/۱۲۰ یا معادل آن کالیبراسیون: محلول آنالیت در دی سولفید کربن همراه با آن دکان به عنوان استاندارد داخلی محدوده تشخیص: ۰,۰۹ تا ۲,۷ میلی گرم در نمونه	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال (100 mg/50 mg) دبی: ۰,۰۱ تا ۱ لیتر در دقیقه حداقل حجم: ۱,۵ لیتر @ ۱۰ ppm حداکثر حجم: ۱۵ لیتر حمل و نقل: عادی و معمولی ماندگاری نمونه: حداقل ۵ روز در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه در هر اندازه گیری	

احتیاط‌های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (نقطه اشتعال = ۳۰- درجه سانتی گراد. فعاليتها تنها زیر هود انجام گیرد.	صحت حدود مقدار: ۰,۰۱ میلی گرم در نمونه دقت ($\overline{SD}_r$): ۰,۰۳۸
کاربرد این روش برای محدوده کاری ۳۰ ppm (۶ تا ۱۸۰ mg/m³) ۱۵ لیتره‌های نمونه-این روش برای تعیین حد سقفی کاربرد دارد	
مداخله‌گرها موردی شناسایی نشده است -ستون‌های کروماتوگرافی جایگزین برای جلوگیری از تداخل SP-2100, SP-2100 با ۱,۰ Carbowax 1500 یا DB-1 ستون‌های مویینه سیلیکای گداخته	
روش‌های دیگر این روش تجدید نظر شده [2] S213 می باشد.	
تجهیزات ✓ نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول 7cm، قطر خارجی 6mm و قطر داخلی 4mm که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده، با مش ۲۰/۴۰، حاوی دو بخش زغال فعال (قسمت جلویی ۱۰۰ mg، قسمت عقبی ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. افت فشار در لوله ۱ لیتر در دقیقه، جریان هوا باید کمتر از ۳,۴ کیلو پاسکال باشد. لوله ها در بازار موجود می باشند. ✓ پمپ نمونه بردار فردی ۰,۰۱ تا ۱ لیتر در دقیقه همراه با لوله های قابل انعطاف. ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای -یونی، ثبت کننده نمودار و ستون ✓ ویال های ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE ✓ سرنگ های ۱۰ میکرو لیتری با قابلیت خواندن ۰,۱ میکرو لیتر ✓ فلاسک های حجمی، ۱۰ میلی لیتری	مواد شیمیایی مصرفی • حلال: کربن دی سولفید، با کروماتوگرافی با کیفیت بالا شامل، ۰,۲٪ حجمی آندکان یا سایر استانداردهای داخلی متناسب. • ۱۰۱ دی کلرو ۱ نیترو اتان • محلول استوک برای کالبراسیون شامل، ۰,۲۱۱ mg/μL، ۲,۱۱ گرم آنالیت ۱۰۱ دی کلرو-۱ نیترو اتان (۱,۵ میلی لیتر در دمای ۲۰ درجه سانتی گراد) با ۱۰ میلی لیتر دی سولفید کربن رقیق شود، تهیه شده در دو ظرف • نیتروژن خالص • هیدروژن تصفیه شده • هوا
نمونه برداری پمپ‌های نمونه بردار فردی را با وصل به نمونه بردار کالیبره کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰,۰۱-۱ لیتر در دقیقه برای دسترسی به حجم کلی ۱,۵ تا ۱۵ لیتر هوا انجام دهید. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.	
آماده سازی نمونه محتوای بخش جلویی و عقبی را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه به همراه فوم اورتان را جدا کنید. ۰,۱ میلی لیتر از حلال را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید.	

کالیبراسیون و کنترل کیفی

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ۰,۰۱ تا ۲,۷ میلیگرم ۱۰ دیکلو ۱ نیترو اتان در هر نمونه کالیبره کنید. مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در ظرف مشخص ۱۰ میلی لیتری به حجم مشخص برسانید. محلول های فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری). منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت سطح پیک آنالیت به سطح پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم ۱۰ دی کلو ۱ نیترو اتان). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۸). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. قسمت عقبی لوله جاذب شاهد را جدا کرده، دور بریزید. توسط یک سرنگ میکرو لیتری مقدار مشخصی از محلول استوک را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. در پوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب به صورت ایستاده نگهدارید. محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵- 7 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 11 و 12 اندازه گیری). یک نمونه دار از راندمان جذب در برابر میلی گرم ۱۰ دیکلو ۱ نیترو اتان تهیه نمایید. حداقل سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را براساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرو لیتر 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. نکته: اگر سطح پیک بالاتر از محدوده خطی استاندارد های کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز نمایید، و فاکتور ضریب ترقیق را در محاسبه اعمال کنید. سطح زیر پیک را اندازه گیری کنید. سطح پیک آنالیت را با تقسیم بر سطح پیک استاندارد داخلی بر روی همان نمودار بدست آورید.

محاسبات

جرم برحسب **mg** (تصحیح شده برای راندمان جذب) **1,1** دی کلو ۱ نیترو اتان 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 عقب نشت کرده و نمونه از دست می رود. محاسبه غلظت (**C**) ۱۰ دی کلو ۱ نیترو اتان در حجم هوای نمونه برداری شده (**V**) برحسب لیتر:

$$C = \frac{(Wf + Wb - Bf - Bb) * 10^3}{V} \text{ mg/m}^3$$

ارزشیابی روش

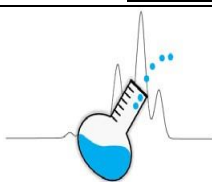
درجه بندی شده

روش **S213** در تاریخ ۲۱ نوامبر ۱۹۷۵ منتشر شد و در محدوده ۲۷ تا ۱۱۵ میلی گرم در متر مکعب در دمای ۲۳ درجه سانتی گراد در فشار ۷۶۳ میلی متر جیوه با استفاده از یک نمونه ۱۷ لیتری مورد اعتبار سنجی قرار گرفت. دقت کلی ۰,۰۵۵ محاسبه شد، متوسط بازیابی ۹۷,۷٪. که نمایانگر یک بایاس بی اهمیت بود. زغال فعال شماره **SKC Lot 104** جهت این امر استفاده شد. غلظت آنالیت به صورت مستقل بوسیله پمپ سرنگی کالیبره شده مورد بررسی قرار گرفت. راندمان واجذب ۰,۹۱۰ در محدوده ۰,۵ تا ۲ میلی گرم آنالیت در نمونه محاسبه شد. (میزان نشت به بخش عقبی ۰,۵٪ بود) در زمان ۱۹۳ دقیقه، نمونه برداری در اتمسفری حاوی ۱۶ میلی گرم در متر مکعب ۱۰ دی کلو ۱ نیترو اتان در ۰,۷۹ لیتر در دقیقه در هوای خشک

منابع

[1] Documentation of the NIOSH Validation Tests, NIOSH, S213, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).

[2] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 3, S213, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).

	شماره روش: ۱۵۰۰ شماره ۳ شماره ۱: ۱۵ آگوست ۱۹۹۰ شماره ۳: ۱۵ مارس هیدروکربن هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتیگراد HYDROCARBONS, BP 36°-216 °C
فرمول شیمیایی: جدول شماره ۱ جدول شماره ۱: وزن مولکولی	CAS: جدول شماره ۱ RTECS جدول شماره ۱:
مترادف ها: جدول شماره ۱ خصوصیات: جدول شماره ۱ ارزیابی: بخشی	
حدود مجاز جدول شماره ۲: OSHA جدول شماره ۲: NIOSH جدول شماره ۲: ACGIH	
سنجش گاز کروماتوگرافی - آشکارساز یونیزاسیون شعله ترکیبات آنالیت: هیدروکربن های ذکر شده در بالا محلول باز جذب: ۱ میلی لیتر دی سولفید کربن حجم تزریق: دما: تزریق: ۲۵۰ درجه سانتی گراد آشکارساز: ۳۰۰ درجه سانتی گراد ستون: ۳۵ درجه سانتی گراد (۸ دقیقه) - ۲۳۰ درجه سانتی گراد (۱ دقیقه) گاز حامل: هلیوم، امیلی لیتر در دقیقه ستون: مووین، سیلیکای گداخته شده ۳۰ متر* ۰.۳۲ میلی متر- شناسه فیلم ۳ میکرومتر ۱۰۰٪ دی متیل پلی سیلوکسان کالیبراسیون: محلول آنالیت در دی سولفید کربن	نمونه برداری نمونه برداری: لوله جاذب جامد، زغال فعال (100 mg/50 mg) دبی: جدول شماره ۳ حداقل حجم: جدول شماره ۳ حداکثر حجم: جدول شماره ۳ حمل و نقل: عادی و معمولی ماندگاری نمونه: حداقل ۳۰ روز در دمای ۵ درجه سانتی گراد نمونه های شاهد: ۱۰٪ از نمونه ها
احتیاط های ویژه کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (نقطه اشتعال = ۳۰- درجه سانتی گراد). محلول های استاندارد و نمونه ها را در زیر هود با تهویه مناسب آماده کنید.	صحت محدوده تشخیص: جدول شماره ۴ حدود مقدار: جدول شماره ۴ دقت ($\overline{SD}$): متن غیر بولد

کاربرد

این روش می تواند برای اندازه گیری هم زمان استفاده شود، با این حال مداخلات میان آنالیت ها ممکن است در مقادیر پایین تری از نمونه ی جذب شده، شاهد نشت نمونه باشیم و تغییر بازیابی آنالیت شود.

مداخله گر ها

زمانی که رطوبت محیط بالا باشد ممکن است در مقادیر پایین تری از نمونه ی جذب شده، شاهد نشت نمونه باشیم. سایر ترکیبات آلی فرآر از قبیل الکل ها، کتون ها، اترها و هیدروکربن های هالوژنه میتوانند در آنالیز نمونه ها تداخل ایجاد کنند.

روش های دیگر

این روش براساس استاندارد NMAM 1500 (NIOSH Manual of Analytical Methods) کتابچه راهنمای روش های تحلیلی نایوش) در ۱۵ آگوست ۱۹۹۴ بروزرسانی شده است -منطبق با نسخه دوم کتابچه راهنمای روش های تحلیلی S28، سیکلو هگزان -S82 سیکلو هگزن-S89 هپتان-S90، هگزان-S94 متیل سیکلو هگزان-S378 اکتان-S379 پنتان

تجهیزات

- ✓ نمونه بردار، لوله شیشه ای، با طول 7cm، قطر خارجی 6mm و قطر داخلی 4mm که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی ۱۰۰ mg، قسمت عقبی ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ✓ پمپ نمونه برداری فردی با دبی 0.01-1 L/min به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای -یونی، ثبت کننده نمودار و ستون Rtx-1 یا سایر ستون های موئین مشابه ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ✓ پیپت های ۱ میلی لیتری
- ✓ سرنگ های ۱۰، ۲۵، ۱۰۰ و ۲۵۰ میکرو لیتری
- ✓ بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

مواد شیمیایی مصرفی

- حلال: کربن دی سولفید، با درصد بنزن پایین، خلوص کروماتوگرافی
- آنالیت، معرف
- هلیوم تصفیه و فیلتر شده
- هیدروژن تصفیه و فیلتر شده
- هوای تصفیه و فیلتر شده

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را با و صل به نمونه بردار کالیبره کنید. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰.۱-۰.۲ لیتر در دقیقه (۰.۱-۰.۵ لیتر در دقیقه برای آن پنتان) انجام دهید. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار را گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

محتوای بخش جلویی و عقبی را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه به همراه بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد. ۰,۱ میلی لیتر از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کنید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره کمتر از حد آشکارسازی LOD تا ۱۰ برابر حد کمی سازی LOQ را پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم برای گسترش منحنی کالیبراسیون استانداردهای بیشتری را آماده کنید.
- a- مقدار مشخصی از آنالیت را در ظرف مشخص ۱۰ میلیلیتری همراه با با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول های استاندارد بیشتر را از طریق رقیق سازی مرحله ای در ظرف ۱۰ میلی لیتری آماده کنید.
- b- محلول های فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۱۱ و ۱۲ نمونه برداری).
- c- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک آنالیت در برابر میکروگرم آنالیت در هر نمونه).
- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید.
- a- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- b- محتوای بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- c- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۵ میکرولیتر) از محلول استوک را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- d- لوله ها را به مدت چند دقیقه رها کرده تا با هوای محیط به تعادل در آید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- e- محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل ۵-۷ آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهد ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱۱ و ۱۲ اندازه گیری).
- f. یک نمودار از راندمان جذب در برابر میکروگرم آنالیت باز یافت شده ترسیم کنید.
- حداقل سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

سنجش

دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس 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.

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از محدوده خطی استاندارد های کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز نمایید و فاکتور ضریب ترقیق را در محاسبه اعمال کنید.

زمان ماند (دقیقه)

آنالیت

۷.۵

n-پنتان

۹.۶

حلال (دی سولفید کربن)

۱۳

n-هگزان

۱۶.۱

سیکلو هگزان

۱۶.۸

سیکلو هگزن

۱۷.۷

n-هپتان

۱۸.۹

متیل سیکلو هگزان

۲۱.۶

n-اکتان

۲۴.۹

n-نانان

۲۷.۸

n-دکان

۳۰.۵

n-آن دکان

۳۲.۹

n-دودکان

نکته: زمان ماند ممکن است با توجه به نوع ستون، مدت زمان ساخت ستون و سایر عناصر دستگاه گاز کروماتوگراف متفاوت باشد. سطح پیک را اندازه گیری کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آنالیت موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقب نشت کرده و نمونه از دست می رود.

محاسبه غلظت (C) آنالیت در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \text{ mg/m}^3$$

ارزشیابی روش

درجه بندی شده

شماره ۲۱

صحت و سوگرایی‌ها بوسیله هوایی شامل نصف، یک و دو برابر استاندارد اوشا تعیین می‌شود، جدول ۳ شامل اطلاعات برای آن دکان-ان دودکان-وان هپتان که قبلاً ارزیابی نشده اند، نمی شود. غلظت‌های تهیه شده به صورت مستقل تایید شده بودند. میزان هایی که باعث نشت نمونه می‌شود در هوای خشک تعیین شدند. نمونه ها در زمان‌های ۷،۱۴ و ۳۰ روز نگهداری شدند.

دقت اندازه‌گیری بوسیله نمونه های spike با مقادیر مشخصی شامل نصف، یک و دو برابر استاندارد اوشا برای حجم هوای اسمی تعیین شد (جدول شماره ۴). ضریب واجذب برای نمونه های spiked شامل تنها یک ترکیب فراتر از ۷۵٪ بود.

شماره ۳). راندمان جذب در سطوح مختلف رنج ۱۰ برابر LOQ تا ۰،۱ برابر REL بوسیله مقدار مشخصی از آنالیت‌ها (در دی سولفید کربن) برروی لوله زغال فعال تعیین شد. تمام آنالیت‌های جمع آوری شده قابل قبول هستند. نتایج واجذب در ۶ سطح محاسبه شد. هر آنالیتی برای ثبات ذخیره سازی مورد محاسبه قرار گرفت. لوله های جاذب تقریباً با ۱۰۰ میکرو گرم spike شد و در محل مشخصی نگهداری و سپس به یخچال در دمای ۵ درجه سانتی گراد منتقل شد. نمونه ها پس از ۷،۱۴ و ۳۰ روز آنالیز شدند. تمام آنالیت‌ها با راندمان بالای ۹۰٪ بازیافت شد به استثنای سیکلو هگزان که پس از ۳۰ روز ۸۵٪ بازیافت شد.

منابع

- [1] Pendergrass SM and May L, Backup Data Report, ACS/CEMB/DART/NIOSH (1999).
- [2] NIOSH[1994]. Hydrocarbons, BP 36-136°C. In: Eller PM, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th rev. ed. Cincinnati, OH: U.S. Department of Health and Human Services, Public Health Service, Centers for Disease Control, National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [3] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 2, S28, S82, S89, S90, S94, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-B (1977).
- [4] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd. ed., V. 3., S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-157-C (1977).
- [5] Code of Federal Regulations; Title 29 (Labor), Parts 1900 to 1910; U.S. Government Printing Office, Washington, (1989); 29 CFR 1910.1000.
- [6] NIOSH Recommendations for Occupational Safety and Health. U.S. Department of Health and Human Services, DHHS (NIOSH) Publication No. 92-100 (1992).
- [7] 1993 Threshold Limit Values for Chemical Substances and Physical Agents and Biological Exposure Indices. ACGIH, Cincinnati, OH (1993).
- [8] Documentation of the NIOSH Validation Tests, S28, S82, S89, S90, S94, S378, S379, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 77-185 (1977).

هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتی گراد

جدول شماره ۱ - (مترادف‌ها-فرمول مولکولی-وزن مولکولی و خصوصیات)

نام (مترادف‌ها)	فرمول تجربی	وزن مولکولی	نقطه جوش (°C)	فشار بخار @ 25°C		دانسیته @ 25°C (g/mL)
				(mm Hg)	(kPa)	
سیکلو هگزان، هگزا هیدرو بنزن CAS # 110-82-7 RTECS GU6300000	C6H12	84.16	80.7	97.6	13.0	0.779
سیکلو هگزن، تترا هیدرو بنزن CAS # 110-83-8 RTECS GW 2500000	C6H10	82.15	83.0	11.8	88.8	0.811
n-دکان CAS # 124-18-5 RTECS HD6550000	C10H22	142.28	174	NA	NA	0.730
n-دودکان CAS # 112-40-3 RTECS JR2125000	C12H26	170.34	216.2	NA	NA	0.750
n-هپتان CAS # 142-82-5 RTECS MI7700000	C7H16	100.21	98.4	6.1	45.8	0.684
n-هگزان CAS # 110-54-3 RTECS MN9275000	C6H14	86.18	68.7	20.2	151.3	0.659
متیل سیکلو هگزان CAS # 108-87-2 RTECS GV6125000	C7H14	98.19	100.9	6.2	46.3	0.769
n-نونان CAS # 111-84-2 RTECS RA6115000	C9H20	128.26	151	NA	NA	0.718
n-اکتان CAS # 111-65-9 RTECS RG8400000	C8H18	114.23	125.7	1.9	14.0	0.703
n-پنتان CAS # 109-66-0 RTECS RZ9450000	C5H12	72.15	36.1	68.3	512.5	0.626
n-آن دکان CAS # 1120-21-4 RTECS YQ1525000	C11H24	156.31	196	NA	NA	0.740

روش ۱۵۰۰- شماره ۳- تاریخ ۱۵ مارچ ۲۰۰۳

هیدروکربن‌هایی با نقطه جوش ۳۶-۲۱۶ درجه سانتی گراد:

جدول شماره ۲- شرایط نمونه‌برداری - حجم، ظرفیت، محدوده، دقت و سوگرایی

نام ماده	نمونه‌برداری		میزان حجم نشت کرده		محدوده نمونه های تهیه شده mg/m3	تورش (%)	دقت(ÖrT)	صحت (%)	
	فلو (لیتر بر دقیقه)	حجم(لیتر)							
			حداقل	حداکثر					حجم(لیتر)
سیکلو هگزان	۰,۲-۰,۰۱	۲,۵	۵	۷,۶	۱۶۵۰	۲۰۱۰-۵۱۰	۱,۱	۰,۰۶۰	±۱۱,۵
سیکلو هگزن	۰,۲-۰,۰۱	۵	۷	۱۰,۴	۲۰۰۲	۲۰۳۰-۵۱۰	۱۰,۶	۰,۰۷۳	±۲۰,۷
ان-هگزان	۰,۲-۰,۰۱	ندارد	در دست مطالعه	-	-	-	-	-	-
متیل سیکلو هگزان	۰,۲-۰,۰۱	۴	۴	۶,۱	۴۰۶۰	۴۰۶۰-۹۶۸	-۶,۵	۰,۰۵۶	±۱۵,۰
ان-نونان	۰,۲-۰,۰۱	۴	۴	۵,۹	۳۶۷۹	۳۶۷۹-۸۷۷	-	۰,۰۶۲	±۱۲,۵
ان-اکتان	۰,۲-۰,۰۱	۴	۴	۶,۱	۳۹۴۱	۳۹۴۱-۹۴۰		۰,۰۵۲	±۱۵,۲
ان-پنتان	۰,۲-۰,۰۱	۴	۴	۶,۵	۴۶۱۲	-۱۰۵۰ ۴۴۰۳		۰,۰۶۰	±۱۲,۱
ان-آن دکان	۰,۰۵-۰,۰۱	۲	۲	۳,۱	۴۵۴۰	-۱۴۷۶ ۶۱۹۰		۰,۰۵۵	±۱۶,۶

جدول شماره ۳- دقت و محدوده اندازه گیری

دقت	محدوده	LOD	نام ماده
۰,۰۱۲	میکرو گرم	میکرو گرم بر نمونه	
۰,۰۱۴	۵۳۰۰-۴	۰,۱	سیکلو هگزان
۰,۰۲۰	۹۷۰۰-۳	۰,۰۸	سیکلو هگزین
۰,۰۲۷	۵۸۴-۲	۰,۰۶	ان-دکان
۰,۰۱۴	۶۰۰-۲	۰,۰۵	ان-دودکان
۰,۰۱۱	۱۶۳۰۰-۲	۰,۰۶	ان-هپتان
۰,۰۱۱	۱۴۵۰۰-۱۰	۰,۴	ان-هگزان
۰,۰۱۳	۱۶۱۰۰-۴	۰,۱	متیل سیکلو هگزان
۰,۰۱۸	۵۷۴-۱	۰,۰۴	ان-نونان
۰,۰۲۲	۱۸۹۹۰۰-۱۱	۰,۳	ان-اکتان
۰,۰۱۲	۱۱۸۰۰-۱۹	۰,۶	ان-پنتان
۰,۰۲۴	۵۹۲-۲	۰,۰۵	ان-آن دکان

	شماره روش: ۷۰۱۳ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵ فوریه ۱۹۸۴ شماره ۲: ۱۵ آگوست ۱۹۹۴
آلومینیوم و ترکیبات آن Aluminum and its compounds	
CAS: (AL) ۵-۹۰-۷۴۲۹	۲۶۹۸: وزن مولکولی
(Al ₂ O ₃) ۱-۲۸-۱۳۴۴	
مترادف‌ها: بسته به نوع ترکیب متغیر است؛ آلومینا (Al₂O₃) خصوصیات: فلز رسانا، ظرفیت ۳، نقطه ذوب ۶۶۰ °C ارزیابی: بخشی	
حدود مجاز بدون حد مجاز مواجهه: OSHA جدول شماره ۱: NIOSH جدول شماره ۱: ACGIH	
سنجش جذب اتمی، شعله ترکیبات آنالیت: آلومینیوم عصاره گیری: HNO₃ غلیظ، ۶ mL، ۱۴۰ °C محلول نهایی: HNO₃ ۱۰٪، ۱۰ mL 1000 µg/mL Cs شعله: نیتروژن اکسید استیلن طول موج: ۳۰۹/۳ nm تصحیح زمینه: بکار نمی رود. کالیبراسیون: Al³⁺ دامنه: ۵۰-۵۰۰۰ µg در هر نمونه (۱) LOD برآورد شده: ۲ µg در هر نمونه (۲) دقت ($\overline{S}_r$): ۰/۰۳ (۲،۱)	نمونه برداری نمونه برداری: فیلتر (باقطر ۰/۸ میکرون، جنس غشا: استر سلولز) دبی: ۱-۳ l/min حداقل حجم: ۱۰ لیتر با دانسیته ۵ mg/m³ حداکثر حجم: ۴۰۰ لیتر حمل و نقل: معمول و روشاؤل ماندگاری نمونه: نمونه پایدار نمونه‌های شاهد: ۱۰-۲ نمونه شاهد در دوره نمونه برداری
احتیاط‌های ویژه تمام هضم اسیدی در هود مجهز به حذف فیوم انجام شود.	صحت دامنه مورد مطالعه: مطالعه نشده است بایاس: شناسایی نشده است دقت کلی: ارزیابی نشده است
کاربرد	

دامنه کاری برای یک نمونه ۱۰۰ لیتری در محدوده 0.5 تا 10 mg/m^3 است. این برای آنالیز عنصر است، نه یک ترکیب خاص. اطمینان حاصل گردد که انواع ترکیبات در نمونه ها با استفاده از روش عصاره، به صورت محلول هستند. **Aliquots** های نمونه ها را می توان برای تقریباً چهار فلز اضافی دیگر نیز به طور جداگانه بکار برد.

مداخله گر ها

سزیم در $1000 \text{ } \mu\text{g/mL}$ یونیازسیون در شعله نیتروژن اکسید استیلن را کنترل می کند [۳]. آهن و **HCl** در بیشتر از $0.2\% (W/W)$ حساسیت را کاهش می دهد. وانادیوم یا H_2SO_4 به $1\% (w/w)$ **La** به عنوان عامل آزاد کننده نیاز دارد [۴].

روش های دیگر

این روش ۱۷۳ **P & CAM** برای **Al** [۱] در فرمت تجدید نظر شده است. روش (ICP-AES) 7300 یک روش تجزیه جایگزین است.

تجهیزات	مواد شیمیایی مصرفی
✓ نمونه بردار، فیلتر غشای استر سلولز، اندازه منافذ $0.8 \text{ } \mu\text{m}$، قطر 37 mm، در قاب نگهدارنده فیلتر ✓ پمپ نمونه گیری فردی، 1 تا 3 L/min با لوله اتصال انعطاف پذیر. ✓ اسپکتروفتومتر جذب اتمی با سرشعله اسید نیتروژن اکسید استیلن و لامپ کاتدی آلومینیوم ✓ تنظیم کننده های دو مرحله ای برای N_2O و استیلن. ✓ بشرهای، فیلپس، 125 mL یا گریفین، 50 mL با سرپوش شیشه ساعت ✓ فلاسکهای حجمی، 100 و 10 mL ✓ میکروپیپت، 5 تا 500 میکرولیتر * ✓ هات پلیت یا هیتر آزمایشگاهی با دمای سطحی 140°C تا 100 * قبل از استفاده با اسید نیتریک غلیظ پاک گردد و به طور کامل با آب مقطر یا آب دیونیزه شده شسته شود.	• اسید نیتریک غلیظ • اسید نیتریک $10\% (V/V)$، 100 mL HNO_3 غلیظ به 500 mL آب افزوده و به حجم یک لیتر برسانید. • محلول استوک کالیبراسیون، $1000 \text{ } \mu\text{g}$ Al/mL، به صورت تجاری در دسترس است یا 1 گرم مفتول Al در حداقل حجم $(1+1)$ HCL با استفاده از قطره کوچک Hg به عنوان کاتالیزست. تا حجم 1 L با $1\% (V/V)$ HCl • محلول Cs، 50 mg/mL، مقدار $73/40 \text{ g}$ CsNO_3 در 100 mL آب، تا حجم 1 L رقیق گردد. • اکسید نیتروژن • استیلن • آب مقطر یا دیونیزه

نمونه برداری

هر پمپ نمونه گیری فردی را با یک نمونه بردار معرف در خط، کالیبره کنید. در یک میزان جریان دقیق بین $1-3 \text{ L/min}$ برای کل نمونه $10-400$ نمونه برداری را انجام دهید. حداکثر مقدار گرد و غبار سطح فیلتر از 2 mg بیشتر نگردد.

آماده سازی نمونه

نکته: آلومینا (Al_2O_3) با این روش حل نخواهد شد. برای حلالیت آلومینا، ترکیب لیتیم بورات لازم است. آماده سازی نمونه های زیر باعث احیای کمی ترکیبات آلومینیوم محلول می شود (به ارزیابی روش مراجعه کنید). مراحل ۴ تا ۹ روش 7300 یا سایر تکنیک های کمی عصاره گیری ممکن است جایگزین شود، به خصوص اگر قرار باشد در یک فیلتر چندین فلز تعیین مقدار گردند. قاب ها را باز کنید و نمونه ها و شاهد ها را به بشرهای تمیز مجزا منتقل کنید. 6 mL میلی لیتر HNO_3 غلیظ اضافه کرده و درب بشر را با شیشه ساعت ببوشانید. در این مرحله معرف های شاهد شروع گردد. نمونه را تا حلالیت و ایجاد رنگ زرد کمرنگ روی هیتر (140°C) حرارت دهید. تا تخریب کامل مواد آلی، به نمونه اسید اضافه کنید. وقتی رنگ محلول نمونه شفاف شد، شیشه ساعت را با $10\% \text{ HNO}_3$ شسته و به بقیه محلول بشر اضافه کنید. بشر را روی هیتر قرار داده و اجازه دهید تا حجم محلول کاهش یابد (حدود 0.5 mL). هنگامی که نمونه خشک شد، دیواره های بشر را با 3 تا 5 mL $10\% \text{ HNO}_3$ بشوید. محلول را مجدداً به مدت 5 دقیقه برای حل شدن باقی مانده حرارت داده، سپس اجازه دهید تا در معرض هوا خنک شود. محلول کمی را به یک فلاسک حجمی 10 میلی لیتری حاوی 0.2 mL محلول 50 mg/mL Cs اضافه کنید. حجم محلول را با $10\% \text{ HNO}_3$ رقیق کنید.

نکته: اگر وانادیوم یا اسید سولفوریک وجود داشته باشد، (W/W) ۱٪ La به عنوان عامل آزاد کننده اضافه کنید [۱،۳].

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون به فلاسک های حجمی ۱۰۰ میلیلیتری حاوی ۲ mL محلول ۵۰ mg/mL سزیم به نمونه حاوی ۵۰۰ تا ۱۰۰۰ mg آلومینیوم، اضافه کنید و با ۱۰٪ HNO₃ رقیق کنید. استانداردهای کاری را همراه با نمونه و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱۶ و ۱۷). منحنی کالیبراسیون جذب را در مقابل غلظت محلول (μg / mL) تهیه کنید. جهت کنترل انحراف یا خطای دستگاه، در هر ۱۰ نمونه یک استاندارد را آنالیز کنید. برگشت پذیری را در هر ۱۰ نمونه، با حداقل یک نمونه شاهد اسپایک شده کنترل کنید. گاهی اوقات از روش افزودن برای کنترل عوامل مداخله گر استفاده کنید.

سنجش

اسپکتروفتومتر را با توجه به دستورالعمل سازنده و شرایط موجود در صفحه ۱-۱۳-۷۰ تنظیم کنید. استانداردها و نمونه ها را خارج کنید. مقادیر قرائت شده جذب را ثبت کنید.

نکته: اگر مقادیر جذب نمونه ها بالاتر از محدوده خطی استانداردها باشد، محلول ها را با ۱۰٪ HNO₃ و مقدار مناسب از محلول ۵۰ mg/mL Cs مجدداً آنالیز کنید و فاکتور رقت مناسب را در محاسبات لحاظ کنید.

محاسبات

با استفاده از مقادیر جذب اندازه گیری شده، غلظت متناظر (μg / mL) آلومینیوم در نمونه، C_s، و محدوده شاهد، C_b، را از منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.

با استفاده از حجم محلول (mL) نمونه، V_s و نمونه های شاهد، V_b، غلظت آلومینیوم، C (mg/m³)، در حجم نمونه هوا V(L) عبارت است از :

$$, \text{mg/m}^3 \frac{(C_s V_s - C_b V_b)}{V}$$

ارزیابی روش

مقدار LOD برآورد شده آلومینیوم، ۲ μg در هر نمونه بود [۲]. فقط روش تجزیه ای، برای این روش ارزیابی شد.

منابع

- [1] NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 5, P&CAM 173, U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 79-141 (1979).
- [2] User check, UBTL, NIOSH Seq. #3990-0 (unpublished, November 29, 1983).
- [3] Winefordner, J. D., Ed., Spectrochemical Methods of Analysis, John Wiley & Sons (1971).
- [4] Analytical Methods for Atomic Absorption Spectrophotometry, Perkin-Elmer (1976)

روش اصلاح شده توسط :

Mark Millson, NIOSH/DPSE and R. DeLon Hull, Ph.D., NIOSH/DBBS

جدول ۱- حد مواجهه آلومینیوم

ACGIH (mg/m ³)	NIOSH (mg/m ³)	OSHA (mg/m ³)	
۱۰	۱۰	حد مجاز مواجهه ندارد	کل غبار
--	۵	حد مجاز مواجهه ندارد	بخش تنفسی
۵	۵	حد مجاز مواجهه ندارد	پودر پیرو
۵	۵	حد مجاز مواجهه ندارد	فیوم جوشکاری
۲	۲	حد مجاز مواجهه ندارد	نمک های محلول
۲	۲	حد مجاز مواجهه ندارد	آلکیل ها

	شماره روش: ۳۵۰۶ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۰۵/می/۱۹۸۵ شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
استیک انیدرید ACETIC ANHYDRIDE	
CAS: ۱۰۸-۲۴-۷	RTECS: AK۱۹۲۵۰۰۰
فرمول شیمیایی: (CH₃CO)₂O وزن مولکولی: ۱۰۲/۰۹	
مترادف‌ها: استیک اسید انیدرید، استیل اکساید خصوصیات: مایع، چگالی: ۱/۰۸۰ g/mL در ۱۵ °C، نقطه جوش: ۱۳۹ °C، نقطه ذوب: ۷۳ °C و فشار بخار: ۴ mm Hg در ۲۰ °C و محدوده انفجار: ۲/۹-۱۰/۳ درصد V/V در هوا ارزیابی: کامل	
حدود مجاز OSHA: 5 ppm NIOSH: C 5 ppm ACGIH: C 5 ppm (1 ppm = 4.17 mg/m³ @ NTP)	
سنجش اسپکتروفتومتری ناحیه مرئی ترکیبات آنالیت: کمپلکس استیک انیدرید - هیدروکسیل آمین - فریک کلرید حجم نهایی: ۵۰ ml طول موج: ۵۴۰ nm کالیبراسیون: استانداردهای کمپلکس استیک انیدرید گستره: ۰/۵ تا ۴ میلی گرم استیک انیدرید در هر نمونه [۲] حد تشخیص تخمینی: ۰/۰۵ میلی گرم استیک انیدرید در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۲۱ در ۱ تا ۴ میلی گرم استیک انیدرید در هر نمونه [۱]	نمونه برداری نمونه برداری: به صورت مایع در بابلر (بابلر را با ۱۰ ml هیدروکسیل آمین قلیایی آغشته نمایید) دبی: ۰/۱-۲/۰ l/min حداقل حجم: ۲۵ لیتر حداکثر حجم: ۱۰۰ لیتر حمل و نقل: تحویل دستی یا با بابلر مخصوص ماندگاری نمونه: ۴ و بیش از ۴ روز در ۲۵ °C [۱] نمونه‌های شاهد: ۲ تا ۱۰ شاهد میدانی در هر سری
احتیاط‌های ویژه استیک انیدرید به راحتی قابل اشتعال (نقطه اشتعال = ۵۴ درجه سانتیگراد) است و هر دو حالت مایع و بخار باعث تحریک و نکروز بافت می شوند. این ماده ممکن است باعث حساسیت پوستی شود [۴].	صحت دامنه مورد مطالعه: ۹/۳۵ تا ۳۷/۴ mg/m³ [۱] (۱۰۰ لیتر نمونه) خطا: ۴/۹ درصد دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): ۰/۰۶۰ [۱] صحت: ۱۵/۳ ± درصد
کاربرد	

محدوده کاری ۱/۲ تا ۱۰ ppm (۵ تا ۴۰ mg/m³) برای ۱۰۰ لیتر نمونه هوا می باشد. حد بالای محدوده را می توان با رقیق کردن نمونه با محیط جمع آوری قبل از تشکیل رنگ افزایش داد. این روش برای اندازه گیری های کوتاه مدت (بیش از ۵ دقیقه)، به شرطی که از یک کووت ۵ سانتیمتری یا بزرگتر استفاده شود، به اندازه کافی حساس است.

مداخله گر ها

هر ماده ای که حاوی یک گروه کربونیل قابل هیدرولیز باشد، مانند استرها، اسید کلریدها و آلدئیدها، یک مزاحمت است. بالاترین احتمال مزاحمت همراه استیک انیدرید در هوا، کتن می باشد [۲، ۳].

روش های دیگر

روش S170 بازنگری شده [۲].

تجهیزات

مواد شیمیایی مصرفی

- ✓ نمونه بردار، بابلر، شیشه ریز منفذ استاندارد، میله ای که انتهای آن مسدود باشد و دارای تخلخل با قطر منافذ با ابعاد حدود ۱۷۰ تا ۲۲۰ mm بوده و درب سخت و واکنش ناپذیری داشته باشد (PTFE یا شیشه).
- ✓ پمپ نمونه گیری فردی، با دبی ۰/۲ تا ۱ لیتر در دقیقه، همراه با لوله اتصال انعطاف پذیر.
- ✓ لوله اسپلش (Splashover): لوله ای شیشه ای، با ۵ سانتیمتر طول، ۸ میلیمتر قطر خارجی، ۶ میلی متری قطر داخلی که به طور سست (نه خیلی محکم) با پشم شیشه پر شده باشد. (تیوب اسپلش باعث افزایش قابل توجه سطح تماس و زمان برخورد بین آب و هوا می شود).
- ✓ اسپکتروفتومتر در طول موج ۵۴۰ نانومتر، همراه با کووت های با طول مسیر ۵ سانتی متر.
- ✓ بالن ژوژه ۵۰، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری.
- ✓ پیپت های مدرج، ۱، ۵ و ۱۰ میلی لیتری
- ✓ میکرو پی پت، ۱۰ تا ۱۰۰ µL میکرو لیتری.
- ✓ حمام یخ.

محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید. ۲۰۰ گرم (NH₃OH)Cl را در آب مقطر حل کرده و در بالن ژوژه به حجم ۱ لیتر برسانید. در یک ظرف تیره و در یخچال نگهداری کنید. بعد از ۲ هفته دور بریزید. محلول سدیم هیدروکسید. ۲۰۰ گرم را در آب مقطر حل کنید. سرد کنید و در بالن ژوژه با آب مقطر به حجم ۱ لیتر برسانید. در یک بطری از جنس پلی اتیلن نگهداری کنید. محلول جاذب (مورد نیاز برای دستگاه نمونه بردار). حجم های برابر از محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید و محلول سدیم هیدروکسید را درست قبل از استفاده با هم مخلوط کنید. بعد از گذشت ۲ ساعت استفاده نکنید. محلول ۱:۱ (v/v) آب و HCl. حجم های برابر از HCl غلیظ و آب مقطر را با هم مخلوط کنید. محلول فریک کلرید. ۱۰۰ گرم FeCl₃.6H₂O را در محلول ۱:۱ (v/v) آب و HCl حل کرده و با همین مخلوط در بالن ژوژه به حجم ۱ لیتر برسانید.

محلول استوک کالیبرا سیون استیک انیدرید: ۱۱۰ ml استیک انیدرید* را به داخل یک بالن ژوژه ۱۰۰ ml پیپت کنید. با استون به حجم برسانید. محلول بایستی در مدت ۲ ساعت بعد از تهیه استفاده گردد.

* احتیاط های خاص را ملاحظه کنید.

نمونه برداری

پمپ نمونه برداری فردی را در خط توسط یک نمونه بردار نشانگر کالیبره نمایید. با تکه های کوتاهی از شلنگ های انعطاف پذیر، یک لوله فشاری را بین بابلر و پمپ نمونه گیری وصل کنید. تا قبل از اتصال بابلر اجازه ندهید که هوا به لوله یا تجهیزات دیگری وارد شود. ۱۰ میلی لیتر از محلول جاذب را به داخل بابلر بریزید.

نکته: محلول جاذب درست باید قبل از استفاده آماده شود (بخش معرف ها، شماره ۳ را ببینید).

با یک سرعت جریان کاملاً مشخص ما بین ۰/۲ و ۱ L/min حجمی معادل ۲۵ تا ۱۰۰ لیتر را نمونه برداری نمایید. نمونه بردار را هر ۲ ساعت عوض کنید و محلول جاذب تازه باشد. پس از نمونه برداری، ساقه بوبلر را برداشته و به آرامی روی داخل لوله بابلر ضربه بزنید. ساقه را با ۱ تا ۲ میلی لیتر محلول جاذب شستشو دهید و محلول شستشو را به بابلر اضافه کنید. بابلر را با یک درب سخت و واکنش ناپذیر محکم بسته و نمونه ها را با دست منتقل کنید. به جای این کار می توانید محتوایات هر بابلر را به یک ویال شیشه ای منتقل کرده و بابلر را با ۱ تا ۲ میلی لیتر محلول جاذب شستشو دهید. درب ویال را جهت حمل و نقل ببندید.

آماده سازی نمونه

محلول نمونه را به یک بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری انتقال دهید. بابلر را دو بار و هر بار با یک میلی لیتر آب مقطر شستشو دهید. محلول‌های شستشو را به بالن اضافه کنید.

نکته: برای نمونه‌هایی که حاوی بیش از ۴ میلی گرم استیک انیدرید است، در این مرحله قسمتی از محلول بابلر را به ۵۰ میلی لیتر رقیق کنید. ضریب رقت مناسب را در محاسبات اعمال کنید. ۵ میلی لیتر محلول فریک کلرید را به داخل بالن پیپت کنید. در یک حمام یخ، حجم‌های برابر از محلول هیدروکسیل آمین هیدروکلرید، محلول سدیم هیدروکسید و محلول فریک کلرید را با هم مخلوط کنید. از این محلول جهت به حجم رساندن بالن حجمی ۵۰ میلی لیتری استفاده کنید. کمپلکس بنفش رنگ به سرعت تشکیل می‌شود.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

به طور روزانه با حداقل شش استاندارد کاری و در محدوده ۰/۰۵ تا ۴ میلی گرم استیک انیدرید در هر نمونه، کالیبراسیون را انجام دهید.

الف- ۱۰ میلی لیتر محلول جاذب را به هر یک از ۶ بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتری انتقال دهید.

ب- صفر (شاهد)، ۱۰، ۲۰، ۴۰، ۸۰ و ۱۰۰ میکرو لیتر از محلول استوک کالیبراسیون استیک انیدرید به بالن‌ها اضافه کنید.

ج- واکنش گرما را اضافه کنید (مراحل ۹ و ۱۰).

د- همراه شاهدها و نمونه‌ها آنالیز کنید (مراحل ۱۲ تا ۱۴).

ه- نمودار کالیبراسیون را رسم کنید (جذب در مقابل غلظت استیک انیدرید بر حسب mg).

سنجش

طول موج دستگاه اسپکتروفتومتر را روی ۵۴۰ نانومتر تنظیم کنید. خط زمینه را با آب مقطر در هر دو سل روی صفر تنظیم کنید. جذب نمونه را در مقابل جذب شاهد در سل مرجع، قرائت کنید.

محاسبات

از طریق نمودار کالیبراسیون جرم، mg، استیک انیدرید در بابلر، W، و در متوسط نمونه شاهد، B، را محاسبه کنید.

غلظت، C (mg/m³)، استیک انیدرید در حجم نمونه هوا، V (L)، را محاسبه کنید.

$$C = \frac{(W - B) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$$

ارزیابی روش

روش S170 در تاریخ اول آگوست ۱۹۷۵ انتشار یافت [۲] و با نمونه‌های ۱۰۰ لیتری هوا در محدوده ۹/۳۵ تا ۳۷/۴ mg/m³ در ۲۲ درجه سانتیگراد و ۷۶۱ میلی متر جیوه مورد تایید قرار گرفته است [۱]. دقت کلی، S_{rT}، ۰/۰۶۰ و کارایی کل ۱/۰۱ ± ۱/۰۰ بود. میانگین غلظت‌های حاصل از ۲۰ mg/m³ برای کل روش نمونه گیری و اندازه گیری ۲/۵ درصد بود که بالاتر از غلظت‌های واقعی است و نشان دهنده خطای غیر قابل توجه برای تعداد محدودی از آزمایشات است [۱]. اتمسفر نمونه با استفاده از دستگاه و روش اپی کلروهیدرین تولید شد [۵] و برای پایش غلظت‌های بخار تولیدی از آنالایزر هیدروکربن کل استفاده شد [۱].

منابع

	آمونیاک Ammonia	شماره روش: ۶۰۱۵ تاریخ انتشار: شماره ۲: ۱۵/آگوست/۱۹۹۴
RTECS BO0875000 CAS: ۷۶۶۴-۴۱-۷	فرمول شیمیایی: NH₃ وزن مولکولی: ۱۷/۰۳	
متراصفها: ندارد خصوصیات: گاز؛ نقطه ذوب: ۷۷/۷ °C، نقطه جوش: ۳۳/۴ °C، محدوده انفجار: ۲۵-۱۶ درصد ۷/۷ در هوا، چگالی بخار ۰/۶ (هوا=۱) ارزیابی: جزئی		
حدود مجاز OSHA : 50 ppm NIOSH: 25 ppm; STEL 35 ppm; Group III pesticide ACGIH: 25 ppm; STEL 35 ppm (1 ppm = 0.697 mg/m³ @ NTP)		
سنجش تکنیک: اسپکتروفتومتری ناحیه مرئی آنالیت: ایندوفنول بلو استخراج: ۲۰ ml آب بدون یون تشکیل رنگ: EDTA ضد رسوب، معرف جفت کننده فنولات، تشدیدگر نیتروپروپوساید، هیپوکلریت. طول موج: ۶۳۰ یا ۶۶۰ nm کالیبراسیون: محلول‌های استاندارد آمونیوم کلرید در آب بدون یون گستره: ۲۰-۱/۵ میکروگرم در هر نمونه [۱] حد تشخیص تخمینی: ۰/۵ میکروگرم در هر نمونه [۱] دقت ($\overline{S}_r$): تعیین نشده است	نمونه برداری ابزار نمونه برداری: لوله جاذب جامد (سیلیکاژل عمل آوری شده با سولفوریک اسید) یک پیش فیلتر ۰/۸ میکرون از جنس MCE جهت مزاحمت‌های ذره‌ای می‌توان استفاده کرد. سرعت جریان: ۱/۲-۰/۱ l/min حداقل حجم: ۰/۱ لیتر در ۵۰ ppm حداکثر حجم: ۹۶ لیتر حمل و نقل: معمولی پایداری نمونه: تعیین نشده است نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه میدانی در هر سری	
احتیاط‌های ویژه فنل از طریق مصرف، استنشاق، یا جذب از طریق پوست هم خورنده و هم سمی است [۱۰]. از تماس با پوست و استنشاق بخارات دوری کنید. سدیم هیدروکسید، سولفوریک اسید و سدیم هیپوکلریت (سفید کننده) همگی خورنده هستند. از تماس با پوست و استنشاق بخارات دوری کنید. اعتقاد بر این است که کلروفرم سرطان زا است [۱۰]، گزارشاتی در مورد اثرات جهش ژنتیکی و تراژوژنیک در حیوانات از آن وجود دارد. در زیر هود با آن کار کنید و از تماس با پوست اجتناب نمایید. سدیم نیتروپروپوساید (سدیم نیتروفری سیانید)	صحت دامنه مطالعه شده: مطالعه نشده است صحت: تعیین نشده است خطا: تعیین نشده است دقت کلی ($\overline{S}_{rT}$): تعیین نشده است	

به شدت سمی است. از بلعیدن و استنشاق گرد و غبار آن به شدت برحذر باشید.	
کاربرد محدوده کاری ۰/۲ تا ۴۰۰ ppm ($0.15 \mu\text{g}/\text{m}^3$ تا $300 \mu\text{g}/\text{m}^3$) برای ۱۰ لیتر نمونه هوا می باشد. این روش می تواند برای اندازه گیری های STEL به کار رود.	
مداخله گر ها شناسایی نشده است.	
روش های دیگر این روش بر اساس فرآیند نمونه برداری روش S347 [۲]، فرآیند تجزیه خودکار روش EPA 350.1 [۳] و روش های استاندارد 417G [۴] می باشد. روش NIOSH 6701 [۵] حساسیت کمی دارد که بر اساس جمع آوری نمونه با یک نشانگر جاذب غیرفعال و آنالیز توسط کروماتوگرافی یونی است. روش NIOSH p&CAM 205 [۶] از نمونه بردار impinge و معرف نسلر برای آنالیز رنگ سنجی دستی بهره می برد. در روش OSHA ID-164 [۷] از نمونه بردار impinge و آنالیز توسط الکتروود یون گزین و در روش OSHA ID-188 [۸] از نمونه بردار کربن حاوی سولفوریک اسید آغشته شده و سپس آنالیز با کروماتوگرافی یونی استفاده می شود.	
تجهیزات ✓ پیش فیلترها (باری حذف ذرات مزاحم): فیلتر غشایی استر سلولز (قطر منافذ $0.8 \mu\text{m}$) با قطر ۳۷ میلی متر، که با صفحه ای از فولاد ضد زنگ در دو طرف نگهدارنده فیلتر پشتیبانی می شود. ✓ لوله های نمونه برداری سیلیکاژل عمل آوری شده با سولفوریک اسید. لوله ای شیشه ای که هر دو انتهای آن باز بوده و با شعله پولیش داده شده است، ۶/۰ cm طول، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm. حاوی دو بخش سیلیکاژل عمل آوری شده با اسید سولفوریک با مش ۲۰/۴۰ است (۲۰۰ میلی گرم جلو / ۱۰۰ میلی گرم پشت) که با یک بخش ۲ میلی متری از پشم شیشه جدا شده است. توی های سیلیکاته پشم شیشه در انتهای لوله قرار داده شده است. فشار در طول لوله باید کمتر از ۱۳ اینچ باشد و با سرعت جریان آب ۰/۲ لیتر در دقیقه (پیوست را ببینید). لوله شیشه ای بایستی قبل از پر شدن با استون شستشو داده شده و خشک شوند. لوله ها با درب های پلاستیکی بسته شوند. لوله ها بصورت تجاری در دسترس هستند. ✓ پمپ نمونه گیری فردی کالیبره شده، بادبی ۰/۱ تا ۰/۲ لیتر در دقیقه، همراه با لوله انعطاف پذیر.	مواد شیمیایی مصرفی • آب، مقطر و بدون یون. اقدامات لازم جهت اطمینان از اینکه آب مقطر بدون آمونیاک است بایستی اجرا گردد، با گذراندن آن از ستون تبادل یونی تشکیل شده از مخلوط رزین های اسیدی تبادل کاتیونی قوی و رزین های بازی تبادل آنیونی قوی. ستون تبادل یون را با توجه به دستورالعمل های شرکت تولید کننده، احیاء نمایید. • نکته: تمام محلول ها باید با استفاده از آب بدون آمونیاک تهیه شوند. • سولفوریک اسید غلیظ، با درجه خلوص بالا. • فنول. • سدیم هیدروکسید، با درجه خلوص بالا. • Brij-35. • آمونیوم کلرید. • کلروفرم. • سولفوریک اسید ۵ نرمال. محلول تصفیه کننده هوا (AAII). با دقت ۱۴۰ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ را به حدود ۵۰۰ میلی لیتر از آب مقطر بدون آمونیاک اضافه کنید. تا دمای اتاق سرد کرده و با آب بدون آمونیاک تا ۱ لیتر به حجم برسانید. • سدیم فنولات. در یک بالن ۱ لیتری، ۸۳ گرم فنول (یا ۸۰ ml فنول مایع ۹۰ درصد) را در ۵۰۰ ml آب مقطر حل کنید. با احتیاط و به

✓ دستگاه آنالیز خودکار Technicon (AAII) (یا معادل TRAACS 800) که از یک اتوسمپلر، کارتریج تجزیه‌ای (AAII)، پمپ تناسبی، رنگ سنج مجهز با سل جریان لوله‌ای ۱۵ mm، ۳۰ mm یا ۶۰ mm و فیلترهای ۶۳۰ تا ۶۶۰ نانومتر، سیستم جمع آوری دیتا و ثبات تشکیل شده است. ✓ pH متر و الکتروود pH. ✓ ویال‌های پلاستیکی، ۸۰ ml یا ۵۰ ml. ✓ لوله‌های سانتریفیوژ پلی اتیلنی. ✓ همزن مغناطیسی و مگنت. ✓ پیپت، با حجم‌های دلخواه. ✓ بالن‌های ژوژه ۵۰ میلی لیتری و یک لیتری و سایر حجم‌های لازم جهت تهیه محلول‌های استاندارد. ✓ کرومومتر. ✓ مانومتر.	صورت اندک اندک ۳۲ گرم سدیم هیدروکسید به آن اضافه کنید. مرتب بالن را در زیر شیر آب سرد کنید. زمانیکه کامل سرد شد، با آب مقطر به حجم ۱ لیتر برسانید. در صورت لزوم صاف کنید. در یک بطری شیشه‌ای تیره نگهداری کنید. برای محلول AAII، ۵ ml از Brij-35 اضافه کنید. • محلول سدیم هیپوکلریت: حجم برابر از محلول سفید کننده که حاوی ۵/۲۵ درصد NaOCl است را با حجم برابر از آب بدون یون رقیق کنید. سطح کلر آزاد بایستی حدود ۲ تا ۳ درصد باشد. • دی سدیم اتیلن دی آمین تترا استات (EDTA) (۵ در صد): ۵۰ گرم EDTA و ۶ عدد حب NaOH را در یک لیتر آب بدون یون حل کنید. • سدیم نیتروپرو ساید (۵/۰ درصد): ۵/۰ گرم را در یک لیتر آب بدون یون حل کنید. نکته: این محلول به نور حساس است. در بطری تیره نگهداری و استفاده گردد. محلول استوک کالیراسیون (۱۰۰ mg آمونیاک در یک لیتر): ۰/۳۱۴۴ گرم آمونیوم کلرید بدون آب را که در ۱۰۵ درجه سانتیگراد خشک گردیده است را در آب بدون یون حل کرده و به حجم ۱ لیتر برسانید. ۱ ml کلروفرم به عنوان نگهدارنده اضافه کنید.
--	--

نمونه برداری

پمپ نمونه برداری را در محل توسط یک نمونه بردار نشانگر کالیره نمایید. با یک سرعت جریان کاملاً مشخص در محدوده ۰/۱ تا ۰/۲ L/min و حجمی معادل ۰/۱ تا ۹۶ لیتر را نمونه برداری نمایید. بلافاصله بعد از نمونه برداری، لوله‌های نمونه برداری را با درب‌های پلاستیکی (نه لاستیکی) ببندید. به صورت ایمن جهت حمل و نقل بسته بندی کنید.

آماده سازی نمونه

درب‌های پلاستیکی را بردارید. قسمت‌های جلویی و پشتی سیلیکاژل عمل آوری شده با سولفوریک اسید را به ویال‌های ۸۰ ml جداگانه منتقل کنید. تکه‌های پشم شیشه را دور بریزید. دو بخش را به صورت جداگانه آنالیز کنید.

نکته: برای انتقال کامل سیلیکاژل عمل آوری شده با سولفوریک اسید، احتمالاً نیاز باشد که به لوله چند ضربه محکم بزنید.

۲۰ ml آب دیونیزه عاری از آمونیاک به هر ویال اضافه کنید. درب ویال‌ها را بسته و محکم تکان دهید. واجذب در مدت ۴۵ دقیقه کامل می‌شود.

pH هر نمونه را با سدیم هیدروکسید در محدوده ۵/۰ تا ۶/۵ تنظیم کنید.

نکته: آنالیز نمونه‌ها بایستی در مدت یک روز بعد از واجذب آمونیاک کامل گردد.

کالیراسیون و کنترل کیفیت

به طور روزانه با حداقل شش استاندارد کاری در گستره ۰/۰۵ تا ۱ µg/mL کالیراسیون را انجام دهید. با استفاده محلول استاندارد استوک، محلول‌های استاندارد را در بالن ژوژه ۱۰۰ mL مطابق جدول زیر (بصورت تازه و روزانه) تهیه کنید.

الف- مقادیر مشخص از محلول استاندارد استوک را به آب بدون یون در بالن ژوژه ۱۰۰ mL اضافه کرده و تا خط نشانه رقیق کنید. بصورت تازه و روزانه تهیه نمایید.

NH ₃ , µg/mL	mL Stock Solution/100 mL
0.05	0.05
0.10	0.10
0.20	0.20
0.40	0.40
0.80	0.80
1.00	1.00

استانداردهای کاری را به همراه نمونه‌ها و شاهد‌ها آنالیز کنید (مراحل ۹ تا ۱۲).
دستگاه بطور خودکار نمودار کالیبراسیون را رسم می‌کند (ارتفاع پیک در مقابل غلظت). غلظت نمونه‌ها مستقیماً از این نمودار بدست آمده و نمایش داده می‌شود.
برای اطمینان از صحت منحنی کالیبراسیون، سه نمونه کنترل کیفی اسپایک کور و سه نمونه اسپایک توسط فرد تجزیه‌گر، آنالیز نمایید.

سنجش

برای محدوده کاری ۰/۰۵ تا ۱/۰ µg NH₃/mL، منیفولد را همانطور که در شکل ۱ برای AAII و در شکل ۲ برای TRAACS نشان داده شده است، تنظیم کنید. برای غلظت‌های بیشتر، نمونه را رقیق نمایید.
اجازه دهید تا رنگ سنج و ثبات دستگاه به مدت ۳۰ دقیقه گرم شوند. بایستی با تمام معرف‌ها زمینه پایداری حاصل شود. آب دیونیزه شده را از طریق مسیر نمونه به دستگاه وارد کنید.
در شرایط عادی از سرعت نمونه‌برداری ۳۰ یا ۴۰ لیتر در ساعت و نسبت ۲:۱ نمونه/شستشو با شستشوی معمولی برای AAII استفاده کنید. برای TRAACS از سرعت نمونه‌برداری ۹۰ و ۱۲۰ لیتر در ساعت و نسبت ۳:۱، ۴:۱ یا ۵:۱ نمونه/شستشو استفاده کنید.
استانداردهای آمونیاک در نمونه‌بردار را بر حسب کاهش غلظت نیتروژن مرتب نمایید. نمونه‌بردار را با نمونه‌های مجهول بارگذاری کامل نمایید. آنالیز را شروع کنید.

محاسبات

غلظت آمونیاک (µg/ml) در نمونه بخش جلویی جاذب (W_f) و در نمونه بخش پشتی جاذب (W_b) را به طور مستقیم از نمایشگر دستگاه قرائت کنید.

غلظت آمونیاک (C) در حجم نمونه هوا، V (L)، را از غلظت‌های محلول نمونه، W_f و W_b (µg/ml) ضرب در حجم‌های مناسب محلول V_f و V_b (ml) محاسبه کنید.

$$C = \frac{W_f V_f + W_b V_b}{V}, \text{ mg/m}^3.$$

	کروم شش ظرفیتی CHROMIUM, HEXAVALENT		شماره روش: ۷۶۰۰ تاریخ انتشار: ۳۵۰۶ شماره ۱: ۱۹۸۹/می/۱۵ شماره ۳: ۲۰۱۵/اکتبر/۲۰
Cr (VI) CrO₃	AW: 52.00 MW: 99.99	CAS: 18540-29-9 CAS: 1333-82-0	RTECS: GB6262000 RTECS: GB6650000
متراصفها: بسته به نوع ترکیب متفاوت است. خصوصیات: اکسیدکننده ارزیابی: کامل			
حدود مجاز OSHA: 0.005 mg/m³ (1910.1026); غلظت 0.1 mg/m³ بر حسب CrO₃ به استثنای 1910.1026 NIOSH: 0.002 mg/m³ (8h) ; سرطانزا			
سنجش دستگاه جذب اسپکتروفتومتر UV-VIS ترکیبات آنالیت: ترکیب کروم- دی فنیل کاربازون محلول استخراج: ۰/۲۵ مول بر لیتر اسید سولفوریک یا محلول ۲۰ گرم بر لیتر هیدروکسید سدیم و ۳۰ گرم بر لیتر کربنات سدیم (مراحل ۴ و ۵ را مشاهده کنید). طول موج: ۵۴۰ نانومتر، طول مسیر: ۵ سانتی متر کالیبراسیون: محلول استاندارد با اضافه کردن کرومات پتاسیم در ۰/۲۵ میلی مول بر لیتر اسید سولفوریک. حدود مقدار: ۰/۲-۷ میکروگرم در هر نمونه محدوده تشخیص: ۰/۰۵۰ میکروگرم در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۲۹ در ۳ میکروگرم به ۱/۲ میکروگرم در هر نمونه	نمونه برداری نمونه برداری: فیلتر یا صافی (با قطر ۵ میکرون، جنس غشا: PVC) دبی: ۱-۴ l/min حداقل حجم: ۳۴ لیتر با دانسیته 0.005 mg/m³ حداکثر حجم: ۴۰۰ لیتر حمل و نقل: معمول و عادی ماندگاری نمونه: حدود ۲ هفته برای آزمایش نگهداری شود. نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست		
احتیاط های ویژه NIOSH تمام ترکیبات کروم شش ظرفیتی را در مخاطرات شغلی مشکوک به سرطان زایی می داند. اسیدهای تغلیظ شده بسیار خورنده و هیدروکسیدهای سدیم سوزاننده هستند. کار با این ترکیبات باید در زیر هود انجام شود. در هنگام کار از لباس های محافظ مناسب از جمله دستکش، عینک ایمنی، و روپوش آزمایشگاهی استفاده کنید.	صحت محدوده مطالعه: ۰/۰۵ تا ۰/۲ (۲۲ لیتر- نمونه) تورش: ۵/۴۸٪ دقت کلی ($\overline{S_{rT}}$): ۰/۰۸۴ صحت: ۱۸/۶ ±		

کرومات پتاسیم یک اکسید کننده قوی همراه با خطر آتش سوزی و انفجار در تماس با مواد قابل احتراق و عوامل کاهش دهنده آن است.	
کاربرد محدوده کار 0.0042 mg/m^3 تا $3/6 \text{ mg/m}^3$ برای ۴۰۰ لیتر نمونه هوا. این روش می تواند برای تعیین کروم شش ظرفیتی محلول (استخراج با استفاده از محلول اسیدی) و برای کروم شش ظرفیتی نامحلول (استخراج با استفاده از محلول بازی) مورد استفاده قرار گیرد. برای رسیدن به سطح بالایی از محدوده کاری می توان نمونه را قبل از اینکه رنگ در محیط پخش شود، رقیق کرد.	
مداخله گر ها مداخله گر ها ممکن است ، آهن، مس، نیکل و یا وانادیوم باشند. ۱۰ میکروگرم از هر یک از این مواد باعث جذب اکسی والانی در حدود ۰/۰۲ میکروگرم کروم شش ظرفیتی ناشی از تشکیل کمپلکس های رنگی شود. کاهش عوامل مداخله ای مانند آهن معدنی و آهن دو ظرفیته با استفاده استخراج آلکالین انجام می شود.	
روش های دیگر این روش ترکیب یا جایگزینی از روش های NIOSH ، CAM 169 &P ، S317 و P&CAM 319 است. سند معیار کروم شش ظرفیتی شامل خلاصه ای از بیشترین روش هایی است که اخیرا برای آنالیز هوا، آنالیزهای پاکسازی، و پایش بیولوژیکی بکار می رود.	
تجهیزات ✓ صافی یا فیلتر با جنس پلی وینیل کلراید (PVC)، قطر منافذ آن ۰/۰۵ میکرومتر و قطر صافی ۳۷ میلی متر باشد که در یک نگه دارنده یا کاست فیلتر از جنس پلی استایرن قرار داشته باشد. نکته: برخی از فیلترهای پی وی سی کاهش کروم شش ظرفیتی را افزایش می دهند بنابراین هر کدام از فیلترها به منظور بازیابی استاندارد کروم شش ظرفیتی باید مورد بررسی قرار گیرد. ✓ پمپ نمونه گیری فردی، با دبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، همراه با لوله اتصال انعطاف پذیر. ✓ ویالهای سنتیلاسیون، شیشه ۲۰ میلی لیتر، PTFE خطی. ✓ فرسپس یا انبرک پلاستیکی. ✓ اسپکتروفتومتر، UV-visible در طول موج ۵۴۰ نانومتر، همراه با کوت های دستگاه و طول مسیر ۵ سانتی متر. ✓ دستگاه فیلتر خلاء. ✓ بشر از جنس بورسیلیکات با حجم ۵۰ میلی لیتر. ✓ شیشه ساعت. ✓ بالن ژوژه ۲۵، ۱۰۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری ✓ اجاق هات پلیت با درجه ۱۲۰ تا ۴۰۰ درجه سانتی گراد. ✓ میکرو پی پت $10 \mu\text{L}$ تا ۱ میلی لیتری. ✓ لوله سانتریفیوژی با حجم ۴۰ میلی لیتری با سر بطری های پلاستیکی ✓ قیف بوخنر	مواد شیمیایی مصرفی • اسید سولفوریک غلیظ (با درجه خلوص ۹۸٪) • اسید سولفوریک 3 mol/L به منظور رقیق سازی، ۱۶۷ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به ۱ لیتر آب مقطر در یک بالن ژوژه تا خط نشانه اضافه کنید. • محلول استخراج اسیدی. اسید سولفوریک ۰/۲۵ مول بر لیتر. ۱۴ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به ۱ لیتر آب مقطر در یک بالن ژوژه تا خط نشانه اضافه کنید. • کربنات سدیم بدون آب با درجه خلوص بالا. • هیدروکساید سدیم با درجه خلوص بالا. • کرومات پتاسیم با درجه خلوص بالا. • تهیه محلول دی فنیل کاربازید: ۵۰۰ میلی گرم از sym-diphenylcarbazide در ۱۰۰ میلی لیتر استون و ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. • تهیه استاندارد کروم شش ظرفیتی $100 \mu\text{g/mL}$: $3/735$ گرم کرومات پتاسیم را به یک لیتر آب دیونایزه اضافه کنید و یا از محلول تجاری آماده در بازار استفاده کنید. • تهیه کالیبراسیون محلول استوک $10 \mu\text{g/mL}$: $10 \mu\text{g/mL}$ محلول استاندارد کروم شش ظرفیتی را به نسبت ۱:۱۰۰ با آب دیونایزه رقیق کنید. • تهیه محلول استخراج بازی: ۲۰ گرم هیدروکساید سدیم و ۳۰ گرم کربنات سدیم را به یک لیتر آب مقطر در یک بالن ژوژه تا خط نشانه اضافه کرده و به حجم برسانید.

- تهیه محلول شستشو و پاک کننده ظروف شیشه‌ای: یک حجم اسید نیتریک غلیظ و برابر همان آب مقطر را در یک ظرف بریزید. - نیتروژن، purified.	✓ پیپت‌های TD با حجم ۵ میلی لیتر. *تمام ظروف شیشه‌ای را با محلول تمیز کننده مخصوص ظروف شیشه ای شستشو داده و قبل از استفاده آبکشی کنید.
--	---

آماده سازی نمونه

پمپ نمونه برداری را توسط یک نشانگر نمونه بردار در خط کالیبراسیون کنید. اندازه نمونه با یک سرعت جریان مشخص دقیقاً در محدوده ۱ تا ۴ L/min برای حجم نمونه ۳۴ تا ۴۰۰ لیتر باشد. مقدار گرد و غبار بارگذاری شده در فیلتر نباید از ۱ میلی گرم بیشتر باشد. ۱ ساعت بعد از اتمام نمونه برداری فیلتر را از کاست بردارید سپس آن را در یک بطری قرار داده و به آزمایشگاه منتقل کنید. فیلتر را فقط با فورسپس برداشته و جابجا کنید سپس پد یکبار مصرف را دور بیندازید.

توجه: دو روش آماده سازی نمونه در ذیل آمده است:

برای کرومات‌های محلول یا اسید کرومیک، مرحله ۴ را دنبال کنید.

برای کرومات نامحلول یا کروم شش ظرفیتی در حضور آهن، آهن دوظرفیتی یا سایر عوامل احیا کننده، مرحله ۵ را دنبال کنید.

آماده سازی نمونه‌ها برای کرومات‌های محلول یا اسید کرومیک.

نمونه شاهد و نمونه فیلترها را از ویال‌ها برداشته سپس آنها را درون لوله‌های مخصوص سانتریفیوژ قرار دهید.

۶ تا ۷ میلی لیتر از محلول استخراج اسیدی را به هر لوله سرپوش دار اضافه کنید و سپس آنرا تکان دهید تا همه سطوح فیلتر شسته شود. اجازه دهید تا فیلتر به مدت ۵ الی ۱۰ دقیقه در لوله باقی بماند.

فیلتر را با فورسپس پلاستیکی از لوله خارج کنید، تمام سطوح را با اضافه کردن ۱ الی ۲ میلی لیتر محلول استخراج اسیدی بدقت شستشو دهید. فیلتر را دور بیندازید. در این لحظه نمونه شاهد را تهیه کنید.

محلول را با یک فیلتر PVC مرطوب که در قیف بوخنر قرار گرفته فیلتر کنید تا زمانی که همه مداخله‌گرها و عوامل مزاحم از نمونه گرد و غبار معلق زده شوند. مواد فیلتر شده را در یک لوله سانتریفیوژ تمیز جمع آوری کنید. بطری حاوی فیلتر را با ۲ تا ۳ میلی لیتر محلول استخراج اسیدی شستشو داده سپس داخل قیف بریزید. قیف و فیلتر را با ۵ تا ۸ میلی لیتر محلول استخراج اسیدی شستشو دهید.

به هر لوله سانتریفیوژ ۵/۰ میلی لیتر از محلول دی‌فنیل کاربازید اضافه کنید سپس لوله سانتریفیوژ را با محلول استخراج اسیدی تا ۲۵ میلی لیتر به حجم برسانید. لوله را تکان داده و اجازه دهید تا کمپلکس رنگی تولید شود (حداقل ۲ دقیقه اما بیشتر از ۴۰ دقیقه نباشد). محلول را به یک کووت ۵ سانتیمتری منتقل کرده و بعد از ۴۰ دقیقه میکس کردن آنالیز را انجام دهید (مراحل ۹، ۱۰ و ۱۱).

آماده سازی نمونه برای کرومات‌های نامحلول کروم شش ظرفیتی در حضور آهن یا سایر عوامل احیا کننده:

نکته: اگرچه انتظار می‌رود مقدار کروم سه ظرفیتی قابل توجهی حضور داشته باشد، بنابراین ۵ دقیقه قبل از شروع کار باید توسط حباب‌های نیتروژن اقدام به گاززدایی نمونه و پاکسازی فضای خالی بالای محلول قبل از ورود به مرحله ۵. a کرد.

فیلتر پی وی سی را از بطری برداشته و آن را داخل یک بشر ۵۰ میلی لیتری قرار دهید سپس ۵ میلی لیتر محلول استخراج بازی به آن اضافه کنید در این مرحله نمونه شاهد را آماده کنید. در طول فرایند استخراج برای جلوگیری از اکسیداسیون کروم سه ظرفیتی فضای خالی بالای محلول را با نیتروژن پاکسازی کنید. بشر را با یک شیشه ساعت بپوشانید و آن را تا نزدیک به نقطه جوش بر روی هات پلیت حرارت دهید و گاهی اوقات بشر را به مدت ۳۰ تا ۴۵ دقیقه بچرخانید. محلول را بیشتر از ۴۵ دقیقه حرارت ندهید و یا نجوشانید. اجازه ندهید که محلول بخار و یا خشک شود زیرا ممکن است کروم شش ظرفیتی قبل از تماس با فیلتر PVC از دست رفته باشد. قهوه‌ای رنگ شدن فیلتر PVC یکی از نشانه‌های از بین رفتن کروم شش ظرفیتی است.

محلول را سرد کرده و آنرا کمی با آب مقطر شستشو داده و در یک بالن ژوژه ۲۵ میلی لیتری انتقال دهید، کل حجم را در حدود ۲۰ میلی لیتر نگه دارید.

نکته: در صورت کدر و یا ابری مانند شدن محلول، آن را باید با فیلتر پی وی سی که در یک دستگاه فیلتراسیون خلاء قرار گرفته شده با آب مقطر شستشو دهید.

۱/۹ میلی لیتر از اسید سولفوریک 3 mol/L را به یک بالن ژوژه اضافه و بچرخانید تا مخلوط شود. احتیاط: دی اکسید کربن بوجود آمده باعث افزایش فشار داخل بالن ژوژه می شود بنابراین باید چند دقیقه صبر کنید تا شدت انرژی آن از بین رود.

۰/۵ میلی لیتر محلول دی فینیل کاربازید را اضافه کنید، و تا خط نشانه با آب مقطر به حجم برسانید و چندین بار آن را سر و ته کنید تا کاملاً مخلوط شود. حدود نیمی از محتویات بطری را برداشته سپس سر بطری را قرار دهید و آن را بشدت چندین بار تکان دهید. به منظور کاهش فشار، هر بار درب بطری را بردارید.

نکته: در این مرحله حباب های دی اکسید کربن آزاد می شوند و گرنه باعث افزایش و یا قرائت غیرمستقیم در دستگاه می شوند.

مقدار محلول باقیمانده در ظرف را به کووت ۵ سانتی متری انتقال و سپس قرائت کنید (مراحل ۹، ۱۰ و ۱۱).

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

۶. با حداقل شش استاندارد در روز کار کنید. ۶ الی ۷ میلی لیتر محلول استخراج اسیدی را به هر مجموعه چندتایی بالن ژوژه ۲۵ میلی لیتری انتقال دهید. صفر تا ۰/۷ میلی لیتر از محلول ۱۰ میلی گرم بر میلی لیتری استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ها بریزید (منظور از صفر میلی لیتر این است که به یکی از ظرف ها هیچ محلول استاندارد اضافه نشود). ۰/۵ میلی لیتر محلول دی فینیل کاربازید را به هر ظرف اضافه کنید سپس با محلول استخراج اسیدی که به میزان کافی در دسترس قرار دارد تا ۲۵ میلی لیتر به حجم برسانید. این استانداردها دارای صفر تا ۷ میکروگرم کروم شش ظرفیتی هستند.

۷. محلول های استاندارد تهیه شده و نمونه های شاهد را با هم قرائت کنید (مراحل ۹، ۱۰ و ۱۱).

۸. نمودار کالیبراسیون را رسم کنید [رسم منحنی جذب در مقابل غلظت کروم شش ظرفیتی بر حسب μg].

سنجش

۹. طول موج دستگاه را روی اسپکتروفتومتر طول موج ۵۴۰ نانومتر تنظیم کنید.

۱۰. دستگاه را با استفاده از نمونه شاهد محلول استخراج اسیدی صفر کنید.

۱۱. نمونه محلول را به کووت انتقال داده و جذب آن را قرائت کنید.

نکته ۱: جذب نمونه حاوی ۱/۵ میکروگرم کروم شش ظرفیتی در ۲۵ میلی لیتر، در حدود ۰/۲ است.

نکته ۲: اگر مقدار جذب نمونه ها بالاتر از استاندارد باشد، با استفاده محلول استخراج اسیدی آنها را رقیق کنید، این مرحله را تکرار کرده و سپس جذب حاصل از آن را در فاکتور رقت مناسب ضرب کنید.

محاسبات

۱۲. از طریق نمودار کالیبراسیون، جرم کروم شش ظرفیتی در نمونه $W (\mu\text{g})$ و در متوسط نمونه شاهد $B (\mu\text{g})$.

۱۳. غلظت بر حسب $C (\text{mg/m}^3)$ ، میزان کروم شش ظرفیتی در حجم نمونه هوا بر حسب $V (\text{L})$.

$$C = \frac{W - B}{V} \text{ بر حسب } \mu\text{g/L} \text{ یا } \text{mg/m}^3$$

نکته: اگر غلظت کروم شش ظرفیتی به صورت اسید کرومیک (CrO_3) گزارش شود C را باید در عدد ۱/۹۲ ضرب کنید (MW اسید کرومیک تقسیم بر AW از کروم).

ارزیابی روش

روش های P & CAM 169 و S317 اساساً روش های مشابهی هستند و برای محلول کرومات و اسید کرومیک مناسبند. روش S317 با نمونه های تولید شده از غبار اسید کرومیک تایید شده و روش P & CAM 169 با نمونه های زمینه مورد آزمایش قرار گرفتند.

P & CAM 319 به دلیل نیاز به آنالیز برای کرومات های نامحلول ابداع یافتند. این روش با استفاده از کرومات های نامحلول در ماتریس هایی مانند رنگ، پرایمر و پودر سرامیک آزمایش شده است.

دقت، محدوده آنالیز، داده های بازیابی، و غیره برای سه روش به شرح زیر است:

مجموع $(\overline{S_{rT}})$: ۰/۰۸۴

اندازه‌گیری $(\overline{S_r})$: ۰/۰۲ تا ۰/۰۴

محدوده مقدار: ۰/۵ تا $10 \mu\text{g}/\text{m}^3$

بازده مجموعه: ۹۴/۵٪

نرخ نمونه‌برداری: ۱/۵ تا ۲/۵ L/min

پایداری (دو هفته): ۹۶٪ بازیابی

منابع

	سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفتومتری SiO₂	شماره روش: ۷۶۰۱ تاریخ انتشار: شماره ۱: ۱۵/فوریه/۱۹۸۴ شماره ۳: ۱۵/مارس/۲۰۰۳
MW: 60.08 CAS: 14808-60-7((کوارتز)) 08 CAS: 14464-46-1 (کریستوبالیت) 08 CAS: 15468-32-3 (تریدیمیت) RTECS: vv7330000((کوارتز)) vv7325000 (کریستوبالیت) vv7335000 (تریدیمیت)		
مترادفها: بسته به نوع ترکیب متفاوت است. خصوصیات: جامد با چگالی g/cm^3 ۲/۶۵ تغییر حالت از کوارتز به تریدیمیت در دمای ۸۶۷ درجه سانی گراد و تریدیمیت به کریستوبالیت در دمای ۱۴۷۰ الفا کوانتز به بتا کوارتز در دمای ۵۷۳ درجه سانتی گراد صورت می گیرد . ارزیابی: کامل		
حدود مجاز OSHA: 0.10 mg/m³ (1910.1026) TLV یا حد آستانه مجاز گرد و غبار قابل استنشاق NIOSH: : 0.05 mg/m³ سرطانزا 0.025 mg/m : 0.025 mg/m³ TLV IRAN : : ACGIH 2018:		
سنجش دستگاه جذب اسپکتروفتومتر VIS ترکیبات آنالیت: کمپلکسهای سیلیکونی نظیر سیلیکومولیدات (۴۲۰ نانومتر) و مولیبدینیوم بلو (۸۲۰ نانومتر) محلول استخراج: فسفریک اسید جهت استخراج ترکیبات سیلیکونی محلول هضم کننده: اسید فلوریدریک کالیبراسیون: محلول استاندارد با اضافه کردن کوارتز یا کریستوبالیت در اسید فلوریدریک حدود مقدار: ۰/۱ تا ۲/۵ میلی گرم SiO₂ در سیلیکومولیدات و ۰/۰۲ تا ۰/۱۵ میلی گرم در مولیبدینیوم بلو محدوده تشخیص: ۱۰ میکروگرم SiO₂ در هر نمونه دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۹	نمونه برداری نمونه برداری: سیکلون همراه با فیلتر 0.8 MCE میکرون یا PVC ۵ میکرون دبی: ۱/۷ l/min با سیکلون پلاستیکی و ۲/۲ با سیکلون آلومینیومی حداقل حجم: ۴۰۰ لیتر حداکثر حجم: ۸۰۰ لیتر حمل و نقل: معمول و عادی ماندگاری نمونه: قابل ماندگاری نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست	
احتیاط های ویژه در هنگام کار با اسید ها به خصوص HF مراقب تماس با پوست و چشم خود باشید و عملیات را زیر هود انجام دهید همچنین با توجه به خورندگی ظروف شیشه ای توسط اسید HF از ظروف پلاستیکی هم برای نگهداری HF و هم جهت آزمایشات و کار با HF استفاده گردد .	صحت محدوده مطالعه: تعریف نشده تورش: شناخته نشده دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): تعریف نشده صحت: تعریف نشده	

کاربرد

این روش برای تشخیص میزان سیلیس در گرد و غبار قابل استنشاق و یا کلی وحتی نمونه های بیولوژیکی حاوی سیلیس این روش برای اندازه گیری سیلیس آمورف نمیتواند کاربرد داشته باشد محدوده کار 0.4 mg/m^3 تا 5 mg/m^3 برای 500 لیتر نمونه هوا می باشد روش های جایگزین این روش میتواند روش XRD 7500 و IR 760.2 و 760.3 باشد برای رسیدن به سطح بالایی از محدوده کاری می توان نمونه را قبل از اینکه رنگ در محیط پخش شود، رقیق کرد.

مداخله گر ها

هرگونه ترکیب سیلیکونی که قابل حل در اسید فلوریدریک باشد میتواند در روش تداخل ایجاد کند (در پیوست A)

روش های دیگر

روش های $NIOSH 7500$ به روش XRD و $NIOSH 760.2$ و 760.3 به روش اسپکتروفتومتری IR میتواند به عنوان روش های دیگر به کار رود

مواد شیمیایی مصرفی

- پودر کوارتز خالص
- هیدروفلوئوریک اسید 48% HF
- فسفریک اسید ۸۵٪
- آب مقطر دو بار تقطیر فاقد سیلیس
- هیدروکلریک اسید HCL به نسبت ۱ به ۱۰ محلول در آب مقطر دو بار تقطیر شده
- اسید سولفوریک ۱۰ نرمال ۵۵۵ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را با ۱/۳ لیتر آب مقطر دو بار تقطیر به حجم ۲ لیتر می رسانیم
- اسید نیتریک غلیظ
- اسید پرکلریک غلیظ
- محلول اسید بوریک ۵٪ (۲۰۰ گرم بوریک اسید را در ۴ لیتر آب مقطر گرم حل می کنیم و پس از سرد شدن از فیلتر ۰/۴۵ میکرون غشایی عبور می دهیم و صاف می کنیم)
- معرف مولیبدات (۵۰ گرم آمونیوم مولیبدات را در ۴۰۰ میلی لیتر آب مقطر دوبار تقطیر حل می کنیم. ۱۵۰ CC اسید سولفوریک غلیظ به آن اضافه می کنیم پس از سرد شدن به حجم ۵۰۰ CC می رسانیم و در ظرف تیره می ریزیم و در محل تاریک نگهداری می کنیم.
- محلول احیاکننده: ۹ گرم بی سولفیت سدیم را در ۸۰ میلی لیتر آب مقطر دوبار تقطیر حل کنید سپس ۰/۷ گرم سولفیت سدیم و ۰/۱۵ گرم ۱ آمینو ۲ نفتول ۴ سولفونیک اسید را در ظرف دیگری حل کنید و با آب مقطر دوبار تقطیر رقیق کنید و به حجم ۱۰۰ CC برسانید و سپس در یخچال قرار می دهیم (تا یک ماه قابل نگهداری است)

تجهیزات

- ✓ سیکلون همراه با فیلتر 0.8 MCE میکرون یا PVC ۵ میکرون پلی وینیل کلراید (PVC)، قطر فیلتر ۳۷ میلی متر یا ۲۵ میلی متری باشد با توجه به نوع سیکلون باشد که در یک نگه دارنده یا کاست فیلتر از جنس پلی استایرن قرار داشته باشد.
- ✓ سیکلون پلاستیکی و با سیکلون آلومینیومی
- ✓ پمپ نمونه گیری فردی، بادبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، همراه با لوله اتصال انعطاف پذیر.
- ✓ هیتر برقی همراه با روتاتور
- ✓ شیشه ساعت
- ✓ بشرها، قیف ها پیپت های بورت های پلی اتیلنی
- ✓ قیف و کیوم دار جهت فیلتراسیون
- ✓ بخاری 40 C
- ✓ اسپکتوفتومتری VIS در طول موج ۴۲۰ تا ۸۲۰ نانومتر با سل 1 Cm
- ✓ هات پلیت 150 CC
- ✓ استوانه مدرج یا پیپت ۲۵ و ۵
- ✓ *تمام ظروف شیشه ای را با محلول تمیز کننده مخصوص ظروف شیشه ای شستشو داده و قبل از استفاده آبکشی کنید.

	• ساخت استوک استاندارد سیلیس آزاد با غلظت 0.5mg/ml : 250 mg کوارتز را در 10 ml اسید 48% HF حل کنید و سپس با آب مقطر دوبار تقطیر به حجم 500CC برسانید و به ظرف پلی اتیلنی انتقال دهید. • (توجه هنگام کار با اسیدها به خصوص HF نکات ایمنی را رعایت کنید و حتما زیر هود انجام دهید)
نمونه برداری پمپ نمونه برداری را با متعلقات نمونه برداری کالیبره کنید. نمونه برداری را با دبی ۱/۷ L/MIN با سیکلون پلاستیکی و ۲/۲ با سیکلون آلومینیومی انجام دهید حجم هوای نمونه برداری بین ۴۰۰ تا ۸۰۰ لیتر باشد اگر غلظت گرد و غبار در محیط زیاد باید زمان نمونه برداری به گونه انتخاب شود که مقدار گرد و غبار بارگذاری شده در فیلتر از ۲ میلی گرم بیشتر نشود .	
آماده سازی نمونه ابتدا فیلترها را وزن می کنیم نباید بیشتر از 2.5 mg گرد و غبار روی فیلتر نشسته باشد در غیر این صورت نمونه ای که بیش از 2.5 mg گرد و غبار نشسته باشد over load شده است. سپس فیلتر را در یک بشر 250 ml قرار می دهیم سپس ۳ تا ۴ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به آن اضافه می کنیم تا فیلتر خاکستری شود. هنگام حرارت دیدن اسید، دود قهوه ای رنگی تشکیل میشود. (این عملیات زیر هود انجام شود) سپس ۲ میلی لیتر دیگر اسید نیتریک غلیظ اضافه می کنیم و اجازه می دهیم خشک شود. رسوب سفید رنگی ته بشر باقی می ماند. اگر از فیلتر PVC استفاده شده باشد باید جهت خاکستری سازی از ۲ میلی لیتر اسید پرکلریک استفاده شود. سپس 25 ml اسید فسفریک 85% به بشر اضافه می شود. قیف با لوله خمیده را روی بشر قرار می دهیم (مراقب باشید لوله قیف به سمت شما نباشد. به سمت دیوار یا خروجی هود باشد) هات پلیت دارای روتاتور را زیر هود قرار دهید و تا دمای 240 C گرم کنید. سپس نمونه ها را به مدت ۸ دقیقه روی آن قرار دهید. روتامتر هات پلیت به آرامی عملیات هم زدن را انجام دهد بشر را از روی هات پلیت برداشته و سرد می کنیم. سپس 125 ml آب مقطر دوبار تقطیر گرم (۶۰ تا ۷۰) به آن اضافه می کنیم و کاملاً مخلوط می کنیم. سپس محلول را فیلتر می کنیم و خود فیلتر را با محلول ۱ به ۱۰ اسید کلریدریک شستشو می دهیم. سپس فیلتر ۴۷ میلی متری در یک بشر پلی اتیلنی ۱۵۰ قرار می دهیم و به سطح آن 0.5 ml 48% HF اضافه می کنیم روی فیلتر را با یک لایه نازک پلی اتیلنی به قطر 50 nm می پوشانیم و درب بشر را می گذاریم و به مدت ۳۰ دقیقه می گذاریم بماند.	
کالیبراسیون و کنترل کیفیت ۵-۴-۳-۲-۱ و ۶ میلی لیتر از محلول استوک استاندارد را با آب مقطر دوبار تقطیر به حجم 25 ml می رسانیم و در ظرف پلی اتیلنی و با استفاده از آن گراف و منحنی استاندارد را رسم می کنیم. اکنون به نمونه ها 25 ml آب مقطر دوبار تقطیر اضافه می کنیم (در ظرف پلی اتیلنی باید باشد) سپس 50 ml محلول اسید بوریک اضافه می کنیم تا دمای 40 C گرم می کنیم (با بنماری) به مدت ۱۰ دقیقه سپس 4 ml مصرف مولیبدات به آرامی به مدت ۲ دقیقه اضافه می کنیم بعد از گذشت ۲۰ دقیقه مصرف عمل می کند سپس 20 ml اسید سولفوریک ۱۰ نرمال اضافه می کنیم. اکنون به رنگ محلول نگاه می کنیم اگر محلول بی رنگ شد آنگاه بعد از ۲ تا ۵ دقیقه 1 ml آمینو ۲ نفتول ۴ سولفونیک اسید اضافه می کنیم و بعد از ۲۰ دقیقه ماندن طول موج 820 nm را با آب مقطر صفر می کنیم و سپس نمونه ها را در این طول موج می خوانیم.	
محاسبات	

. با توجه به غلظت سیلیس خوانده شده در نمونه ها و همچنین حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر (L) V. غلظت نهایی بر حسب C (mg/m³) محاسبه میشود (توضیح اینکه اگر در مخرج کسر حجم هوا بر حسب متر مکعب باشد در صورت غلظت بر حسب میلی گرم نوشته شود و اگر حجم بر حسب لیتر باشد غلظت بر حسب میکرو گرم نوشته شود)

$$C = \frac{A - B}{V}$$

بر حسب $\mu\text{g/L}$ یا mg/m^3

غلظت نمونه = A , غلظت نمونه بلانک = B

منابع

	کروم شش ظرفیتی با اسپکتروفتومتری قابل حمل - میدانی	روش: ۷۷۰۳، شماره ۲ شماره ۱: ۱۵/ مارس/ ۲۰۰۳ شماره ۲: ۲۰/ اکتبر/ ۲۰۱۵

CAS: 18540-29-9	RTECS: GB6262000	فرمول شیمیایی: Cr (VI) CrO ₃ وزن مولکولی: ۹۹/۹۹ ۵۲
CAS: 1333-82-0	RTECS: GB6650000	

مترادفها: بسته به نوع ترکیب متفاوت است؛ عموماً از کرومات استفاده می شود

خصوصیات: عامل اکسنده

ارزیابی: کامل

حدود مجاز

OSHA: 0.005 mg/m³ (1910.1026); C 0.1 mg/m³ as CrO₃
(exceptions to 1910.1026)

NIOSH: 0.0002 mg/m³ (8 h); carcinogen

سنجش	نمونه برداری
تکنیک: اسپکتروفتومتری ناحیه مرئی قابل حمل - میدانی آنالیت: کمپلکس کروم - دی فنیل کاربازون استخراج: ۱۰ ml محلول ۰/۰۵ mol/L آمونیوم سولفات / ۰/۰۵ mol/L ۰/۰۵ آمونیوم هیدروکسید (pH = 8 ± 0.5)، استخراج مافوق صوت در ۳۰ دقیقه جداسازی Cr(VI): استخراج فاز جامد با تبادل آنیونی قوی محلول شستشو: ۰/۵ mol/L آمونیوم سولفات / ۰/۱ mol/L آمونیم هیدروکسید طول موج: ۵۴۰ nm؛ طول مسیر: ۱ cm کالیبراسیون: محلول های استاندارد پتاسیم کرومات در محلول شستشو گستره: ۱-۴۰۰ میکروگرم در هر نمونه حد تشخیص تخمینی: ۰/۰۸ میکروگرم کروم شش ظرفیتی در هر نمونه [۳] دقت ($\overline{S_r}$): ۰/۰۳۵ تا ۳ در ۴۰۰ میکروگرم در هر نمونه [۳]	نمونه بردار: فیلتر (غشاء PVC ۵/۰ میکرون [۱، ۲]؛ غشاء MCE ۰/۸ میکرون یا غشاء PTFE ۱/۰ میکرون برای آنالیز میدانی قابل قبول است [۳]) دبی: ۱-۴ l/min حداقل حجم: ۵۴ لیتر (۱/min برای ۲۷ دقیقه) حداکثر حجم: ۱۲۰۰ لیتر (۱/min برای ۴۰۰ دقیقه) حمل و نقل: پک یخچالی در ۲ °C ± ۴ °C (اختیاری) ماندگاری نمونه: در مدت ۲۴ ساعت آنالیز گردد؛ اگر امکان دارد نمونه ها در دمای ۲ °C ± ۴ °C نگهداری شوند نمونه های شاهد: یک نمونه به ازای هر ۲۰ نمونه نمونه میدانی، حداقل ۲ نمونه در هر سری

احتیاط‌های ویژه NIOSH تمام ترکیبات کروم شش ظرفیتی را در مخاطرات شغلی مشکوک به سرطان زایی می‌داند [۱۰]. باید تلاش‌های لازم برای جلوگیری از ترکیبات و محلول‌های حاوی آئروسول‌های کرومات انجام شود. تمام آماده سازی نمونه بایستی در یک مکان با تهویه مناسب انجام شود (ترجیحاً هود خلاء)؛ اگر هود در دسترس نباشد، باید از تهویه مناسب استفاده شود. محلول‌های متانول و استونیتریل قابل اشتعال هستند و باید با دقت مورد استفاده قرار گیرند؛ به عنوان مثال، پوشیدن دستکش ضد نفوذ و اجتناب از بخارات. در حد امکان، محلول‌ها قبل از انتقال به میدان در آزمایشگاه آماده شوند. هیدروکلریک اسید غلیظ بسیار خورنده است و آمونیوم هیدروکسید یک ماده التهاب آور تنفسی است. همه کار با این ترکیبات باید در زیر هود انجام شود. از لباس‌های محافظ مناسب از جمله دستکش، عینک ایمنی و روپوش آزمایشگاهی استفاده کنید. پتاسیم کرومات یک اکسید کننده قوی همراه با خطر آتش سوزی و انفجار در تماس با مواد قابل احتراق و عوامل کاهنده می‌باشد.	صحت گستره مطالعه شده: ۰/۰۴۵ تا $1146 \mu\text{g}/\text{m}^3$ (حدود ۲۰ تا ۲۰۰ لیتر نمونه) [۳، ۴] خطا: ۱/۰۰- درصد [۳] دقت کلی ($\overline{S_{PT}}$): ۰/۰۸۰ صحت: $\pm 15/7$ درصد
کاربرد محدوده کاری $0.22 \mu\text{g}/\text{m}^3$ تا $333 \mu\text{g}/\text{m}^3$ برای ۱۲۰۰ لیتر نمونه هوا می‌باشد. این روش می‌تواند برای تعیین کروم شش ظرفیتی محلول به کار رود. کروم شش ظرفیتی نامحلول نیاز به اصلاح روش و استفاده از استخراج مافوق صوت با بافر کربنات دارد.	
مداخله گر‌ها مزاحمت‌های ناشی از عوامل کاهنده مانند آهن دو ظرفیتی با روش‌های استخراج فاز جامد و مافوق صوت قلیایی به حداقل ممکن می‌رسد. مزاحمت‌های سایر کاتیون‌های فلزی با استخراج فاز جامد حذف می‌شود [۵]. در طول نمونه برداری مقداری احیاء بر روی فیلتر اتفاق می‌افتد، که معمولاً به علت حضور آهن دو ظرفیتی، مواد آلی و یا شرایط اسیدی می‌باشد [۶]. احیاء کروم شش ظرفیتی می‌تواند در هر زمانی و بر روی هر نوع فیلتری اتفاق بیافتد، که معمولاً بر روی فیلترهای MCE مشکل سازتر است [۷]. با این وجود، استفاده از فیلترهای MCE و PTFE برای کاربرد میدانی قابل قبول است، در حالیکه کارایی آن‌ها برابر با فیلترهای PVC است [۳]. در طول استخراج مافوق صوت، از اکسیداسیون کروم سه ظرفیتی در محلول به کروم شش ظرفیتی با استفاده از بافر آمونیوم جلوگیری می‌شود [۸].	
روش‌های دیگر این روش برای استفاده میدانی طراحی شده است اما در آزمایشگاه با محل ثابت نیز قابل استفاده می‌باشد. یک روش جایگزین برای روش‌های آزمایشگاهی همچون روش NIOSH 7605 روش OSHA ID-215 (هضم بر روی هات پلیت و کروماتوگرافی یونی) می‌باشد. روش NIOSH 7600 روش مشابهی است ولی از هیچ مرحله جداسازی در آن استفاده نشده است. یک روش میدانی که فاقد جداسازی کروم شش ظرفیتی است، روش MDHS 61، توسط هیئت مدیره بهداشت و ایمنی بریتانیا ارائه شده است [۹].	
تجهیزات ✓ فیلترهایی از جنس پلی وینیل کلراید (PVC) با قطر منافذ μm ۵، استر سلولز مخلوط (MCE) با قطر منافذ μm ۰/۸ یا پلی‌تترافلوئورواتیلن (PTFE) با قطر منافذ μm ۱/۰، قطر فیلتر	مواد شیمیایی مصرفی • آمونیوم سولفات، با درجه خلوص بالا. • آمونیوم هیدروکسید*، با درجه خلوص بالا. • آب، مقطر یا بدون یون. • هیدروکلریک اسید (۳۷ درصد وزنی)*، با درجه خلوص بالا.

۳۷ میلی‌متر، با پدهای پشتیبان، در نگهدارنده فیلتر از جنس پلی استایرن، ۲ یا ۳ عدد. نکته: فیلترهای MCE و برخی از فیلترهای PVC احیاء کروم شش ظرفیتی را در یک بازه چند روزه، افزایش می‌دهند. با این وجود هر نوع فیلتری برای کاربرد میدانی قابل قبول است به شرطی که نمونه‌ها در مدت ۲۴ ساعت بعد از جمع آوری آنالیز شوند. ✓ پمپ نمونه گیری فردی، با دبی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه، همراه با لوله اتصال انعطاف پذیر. ✓ حمام آلتراسونیک (سونیکیتور)، حداقل توان ۱۰۰ W. ✓ مانیفولد استخراج فاز جامد، چند کاناله ✓ پمپ خلاء پرتابل با شیر سنجش فشار. ✓ اسپکتروفتومتر مرئی پرتابل، همراه با کووت‌های کوارتز با طول مسیر نمونه ۱ سانتی متر. ✓ کارتریج‌های استخراج فاز جامد (SPE) با تبادل آنیونی قوی، ml ۱۰، یکبار مصرف؛ پر شده با ۵۰۰ mg یا ۱۰۰۰ mg سیلیکای پیوند شده با آمین نوع چهارم، ظرفیت حدود ۱ mmol/g از آنیون تک بار. ✓ پیپتور، مکانیکی، حجم متغیر (به طور مثال ۱ ml تا ۱۰ ml) با سرپیپت یکبار مصرف. ✓ میکروپیپتور، مکانیکی، حجم متغیر (به طور مثال ۱۰ µl تا ۱۰۰ µl) با سرپیپت یکبار مصرف. ✓ لوله سانتریفیوژ، پلاستیکی، ۱۵ ml، با درب پیچی. ✓ ویال‌های تمیز، ۲۰ ml، شیشه‌ای، با درپوش پیچی از جنس PTFE. ✓ بشرهای مدرج (و در صورت امکان ارلن مایر)، حجم‌های متفاوت. ✓ بالن ژوژه ۲۵، ۱۰۰، ۲۵۰ و ۱۰۰۰ میلی لیتری. ✓ فرسپس، روکش شده با PTFE. ✓ میله شیشه‌ای یا پلاستیکی. ✓ دستکش یکبار مصرف، پلاستیکی یا لاتکس. ✓ دستمال آزمایشگاهی ✓ موتور برق پرتابل (در صورت نیاز)	• استونیتریل*، با درجه خلوص بالا. • ۱، ۵- دی فنیل کاربازید (DPC)، با درجه خلوص بالا. • متانول*، با درجه خلوص بالا. • محلول استخراج (بافر استخراج): ۰/۰۵ مول بر لیتر آمونیوم سولفات / ۰/۰۵ مول بر لیتر آمونیوم هیدروکسید، ۱ لیتر، در آب مقطر یا بدون یون. • نکته: اصلاح روش با استفاده از بافر کربنات (به طور مثال سدیم کربنات) نیاز به استخراج کروم شش ظرفیتی نامحلول دارد. • محلول شستشو (بافر شستشو): ۰/۵ مول بر لیتر آمونیوم سولفات / ۰/۱ مول بر لیتر آمونیوم هیدروکسید، ۲۵۰ ml، در آب مقطر یا بدون یون. • پتاسیم کرومات*، با درجه خلوص بالا • استاندارد کروم شش ظرفیتی*، ۳/۷۳۵.۱۰۰۰ µg/mL گرم پتاسیم کرومات را در آب بدون یون حل کرده و به حجم ۱ لیتر برسانید و یا از محلول تجاری آماده استفاده کنید. • محلول کالیبراسیون استوک*، ۱۰۰ µg/mL: محلول استاندارد ۱۰۰۰ µg/mL کروم شش ظرفیتی را به نسبت ۱:۱۰ با بافر استخراج رقیق کنید. (محلول به مدت یک ماه پایدار است). • محلول کمپلکس‌ساز دی فنیل کاربازید (۲۰ mmol/L): ۰/۴۸ گرم پودر DPC را وزن کرده و به یک بالن ژوژه ۱۰۰ mL منتقل نمایید. حدود ۸۰ mL استونیتریل اضافه کرده و DPC را حل کنید. با استونیتریل بیشتر بالن را به حجم رسانده و کامل مخلوط کنید. * احتیاط‌های خاص را ملاحظه کنید.
--	---

نمونه‌برداری

پمپ نمونه‌برداری را در محل توسط یک نمونه‌بردار نشانگر کالیبره نمایید.

با یک سرعت جریان کاملاً مشخص در محدوده ۱ تا ۴ L/min حجمی معادل ۵۴ تا ۱۲۰۰ لیتر را نمونه‌برداری نمایید. مقدار گرد و غبار بارگذاری شده در روی فیلتر نباید از ۲ میلی‌گرم بیشتر باشد. بر روی نگهدارنده فیلتر برجسب بزنید.

یک جفت دستکش پلاستیکی یا لاتکس یکبار مصرف تازه بپوشید (برای جلوگیری از آلودگی نمونه).

بعد از اتمام نمونه‌برداری با فورسپس پوشش داده شده با PTFE فیلترها را از نگهدارنده‌ها جدا کرده و جهت مراحل بعدی آماده‌سازی نمونه آن‌ها را در لوله‌های سانتریفیوژ پلاستیکی ۱۵ ml قرار دهید. پدهای پشتیبان سلولزی و دستکش‌ها را دور بیاندازید.

آماده سازی نمونه

۱۰ ml از محلول استخراج (بافر ضعیف) را به هر یک از لوله‌های سانتریفیوژ ۱۵ ml که محتوای فیلتر نمونه هستند، اضافه کنید. اطمینان حاصل کنید که فیلتر توسط محلول استخراج پوشش داده شده است. در صورت لزوم، فیلتر را با یک میله شیشه‌ای یا پلاستیکی تمیز در محلول غوطه‌ور کنید. درب لوله‌ها را بسته و برچسب‌زنی کنید.

لوله‌های نمونه را در حمام اولتراسونیک (سونیکیتور) قرار دهید. سطح آب در حمام باید بالاتر باشد از سطح مایع در لوله سانتریفیوژ باشد. به مدت ۳۰ دقیقه سونیکیت نمایید.

نکته: بسته به اندازه حمام التراسونیک، لوله‌های سانتریفیوژ متعددی که حاوی فیلترهای نمونه می‌باشند، می‌توانند همزمان در یک دستگاه سانتریفیوژ قرار گیرند. از گرم بودن حمام اطمینان حاصل کنید (اما کمتر از ۴۰ °C).

مانیفولد استخراج فاز جامد را تنظیم کنید.

الف- کارتریج‌های استخراج فاز جامد (SPE) یکبار مصرف را در کانال‌های مانیفولد قرار داده و ویال‌های تمیز را در زیر کارتریج‌ها قرار دهید. کارتریج‌ها را برچسب بزنید.

ب- مانیفولد SPE را به پمپ خلاء متصل نمایید.

جهت آماده سازی کارتریج‌ها ۳ ml متانول را به هر کارتریج پیپت کنید و تخلیه کنید. سپس، ۳ ml محلول استخراج در هر کارتریج پیپت کرده و تخلیه کنید. این کار را تکرار کنید.

کروم شش ظرفیتی را از محلول نمونه استخراج کنید.

الف- ۳ ml تا ۵ ml از محلول نمونه موجود در لوله‌های سانتریفیوژ سونیکیت شده را به کارتریج‌های SPE یکبار مصرف پیپت کنید. نوک پیت را دور بیاندازید.

پمپ خلاء را طوری تنظیم کنید که سرعت استخراج حدود یک قطره در ثانیه باشد (تقریباً ۲۷ kPa یا ۲۰۳ mmHg؛ بیش از ۳۴ kPa یا ۲۵۴ mmHg نباشد). در صورت لزوم، جهت کاهش سرعت ریزش قطره کارتریج را به صورت دستی تنظیم کنید.

نکته ۱: برای نمونه‌هایی که غلظت مورد انتظار کروم شش ظرفیتی زیاد است، بایستی مقادیر کمتری از نمونه (۱ ml تا ۲ ml) به داخل کارتریج SPE برای جلوگیری از فرار آنالیت، توزیع شود. غلظت‌های بالای کروم شش ظرفیتی را می‌توان به طور چشمی و با رنگ نارنجی آن تشخیص داد.

نکته ۲: برای نمونه‌هایی که دارای غلظت کروم شش ظرفیتی پایین هستند، مقادیر بیش از ۳ تا ۵ میلی لیتر از محلول نمونه‌های اولتراسونیک شده را می‌توان بر روی کارتریج‌های SPE بارگذاری کرد (مرحله ۸-الف). به این ترتیب، کارتریج را می‌توان جهت پیش تغلیظ کروم شش ظرفیتی استفاده کرد.

هنگامی که به نظر می‌رسد محلول از میان تمام کارتریج گذشت، خلاء را افزایش دهید تا از عبور کل محلول از کارتریج اطمینان حاصل نمایید. این مرحله به طور انتخابی کروم شش ظرفیتی را به فاز ثابت کارتریج متصل می‌کند.

برای حذف باقی مانده کروم سه ظرفیتی و سایر مزاحمت‌های احتمالی، خلاء را به صفر کاهش دهید. ۱ میلی لیتر آب مقطر و یا دیونیزه به هر کارتریج اضافه کرده، خلاء برای به دست آوردن ۱ قطره در هر ثانیه (تقریباً ۲۷ kPa یا ۲۰۳ mmHg) تنظیم کنید و پس از اتمام خلاء را به صفر کاهش دهید.

ویال‌ها را از زیر کارتریج‌ها برداشته و دور بریزید.

نکته: این محلول حاوی بخش ناخواسته محلول نمونه است که بایستی فاقد کروم شش ظرفیتی باشد.

ویال‌های تمیز و برچسب زده شده جدید در زیر کارتریج‌های مانیفولد SPE قرار دهید.

الف- ۹ ml از محلول شستشو (بافر شستشو) به هر کارتریج اضافه کنید تا کروم شش ظرفیتی را شستشو دهد، مراحل ۸-ب، ۸-د و ۸-ذ را تکرار کنید.

ب- ویال‌ها را برداشته و درب آن‌ها ببندید. کارتریج‌های SPE استفاده شده را دور بیاندازید.

نکته: ویال‌ها اکنون حاوی کروم شش ظرفیتی استخراج شده و جدا شده هستند که آماده تجزیه می‌باشند.
درب ویال‌های حاوی کروم شش ظرفیتی استخراج شده و جدا شده را باز کرده و به هر یک ۱۰۰ μL هیدروکلریک اسید اضافه کنید.
۲ ml محلول کمپلکس‌ساز DPC به ویال‌ها اضافه کرده و درب آن‌ها را بسته و محتویات را به خوبی مخلوط نمایید. حداقل ۵ دقیقه فرصت دهید تا تشکیل رنگ کامل گردد.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

به طور روزانه با حداقل شش استاندارد کاری در گستره ۰ $\mu\text{g/mL}$ تا ۲ $\mu\text{g/mL}$ کروم شش ظرفیتی در هر استاندارد، کالیبراسیون را انجام دهید.

الف- به بالن‌های ژوژه ۱۰ میلی‌لیتری که حاوی حدود ۵ ml محلول شستشو (بافر قوی) می‌باشند، حجم‌های مشخص (۱۰ μL تا ۲۰۰ μL) از محلول کالیبراسیون استوک کروم شش ظرفیتی (۱۰۰ $\mu\text{g/mL}$) به منظور تهیه غلظت‌های ۰/۱ $\mu\text{g/mL}$ ، ۰/۲ $\mu\text{g/mL}$ ، ۰/۵ $\mu\text{g/mL}$ ، ۱/۰ $\mu\text{g/mL}$ و ۲/۰ $\mu\text{g/mL}$ ، اضافه نمایید. ۱۰۰ μL هیدروکلریک اسید و ۲ ml محلول کمپلکس‌ساز DPC به هر بالن اضافه نمایید. تا خط نشانه با محلول شستشو به حجم رسانده و محتویات را به خوبی مخلوط نمایید.

نکته: حداقل دو سطح غلظتی (به عنوان مثال ۰/۱ $\mu\text{g/mL}$ و ۱/۰ $\mu\text{g/mL}$) بایستی دست کم ۳ بار اجرا گردد.

ب- یک شاهد با اضافه کردن ۱۰۰ μL هیدروکلریک اسید و ۲ ml محلول کمپلکس‌ساز DPC به یک بالن ژوژه ۱۰ میلی‌لیتری که حاوی حدود ۵ ml محلول شستشو (بافر قوی) می‌باشد و تا خط نشانه با محلول شستشو به حجم رسیده و محتویات را به خوبی مخلوط شده، تهیه کنید.

ج- محلول‌های استاندارد و شاهد را قرائت کنید (مراحل ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸، ۱۹ و ۲۰).

حداقل دو شاهد میدانی آنالیز کنید، یک شاهد میدانی در هر بیست نمونه (مراحل ۱۰، ۱۱، ۱۵، ۱۶، ۱۷، ۱۸، ۱۹ و ۲۰). همچنین حداقل تعداد سه محلول کالیبراسیون را ۳ بار آنالیز کنید.

نمودار کالیبراسیون را رسم کنید، جذب در مقابل غلظت کروم شش ظرفیتی.

نکته: به عنوان یک جایگزین برای مراحل ۱۲، ۱۳ و ۱۴، روش افزایش استاندارد می‌تواند مورد استفاده قرار گیرد [۱۱].

سنجش

دستگاه اسپکتروفتومتر را روشن نمایید و اجازه دهید کامل گرم شود

طول موج اسپکتروفتومتر را روی ۵۴۰ نانومتر تنظیم کنید. پارامترهای اسپکتروفتومتر قابل حمل را با توجه به دستورالعمل‌های شرکت سازنده و شرایط ذکر شده در صفحه اول روش ۷۷۰۳، تنظیم نمایید.

کووت کوارتز را سه مرتبه با آب مقطر و یا دیونیزه شستشو داده و سپس با محلول شاهد آبکشی نمایید.

شاهد را اندازه‌گیری کنید. اسپکتروفتومتر را روی جذب صفر تنظیم کنید.

درب ویال‌های حاوی محلول نمونه آماده آنالیز را باز کنید.

الف- کووت را با محلول نمونه به طور کامل آبکشی نموده و محلول آبکشی را دور بریزید.

ب- کووت را با محلول نمونه پر نمایید.

ج- کووت را در اسپکتروفتومتر قرار دهید.

نکته: هر گونه رطوبت اضافی یا مایع را با یک دستمال آزمایشگاهی خشک، از اطراف کووت پاک کنید. دقت نمایید که کووت را از سمت‌های مشجر بگیری.

نمونه‌ها، استانداردها و شاهد‌ها را اندازه‌گیری کنید. مقادیر جذب را ثبت نمایید.

نکته: اگر مقدار جذب بیش از ۲ واحد باشد، محلول‌های آماده به آنالیز را با محلول شستشو (بافر قوی) رقیق کرده و مجدد آنالیز نمایید.

محاسبات

از طریق نمودار کالیبراسیون، جرم کروم شش ظرفیتی در نمونه، $W (\mu\text{g})$ ، و در متوسط نمونه شاهد میدانی، $B (\mu\text{g})$ ، را محاسبه کنید.

نکته: اگر روش افزایش استاندارد مورد استفاده قرار گیرد، تنظیمات مناسب را در منحنی کالیبراسیون به دست آمده، اعمال کنید [۱۱].

غلظت کروم شش ظرفیتی، C ، در حجم نمونه هوا، $V (L)$ ، را محاسبه کنید.

$$C = \frac{W - B}{V}, \text{ mg/m}^3 \text{ یا } \mu\text{g/L}$$

نکته ۱: اگر نمونه ها در طول آماده سازی نمونه رقیق شده باشند، مطمئن شوید که ضریب رقت در محاسبات اعمال شده است.
نکته ۲: اگر غلظت کروم شش ظرفیتی به صورت کرومیک اسید (CrO_3) گزارش شود C را باید در عدد ۱/۹۲ ضرب کنید (MW کرومیک اسید تقسیم بر AW کروم).

ارزیابی روش

این روش در آزمایشگاه با فیلترهای اسپایک شده [۳، ۴، ۵] و مواد مرجع تایید شده که حاوی مقادیر مشخص از کروم شش ظرفیتی [۴] مورد ارزیابی قرار گرفته است. این مواد مرجع تایید شده (CRM) به نام CRM 545 از کمیته اروپا، موسسه مواد مرجع و اندازه گیری (EC/IRMM) تهیه شده است، که حاوی کروم شش ظرفیتی و کروم کل موجود در گرد و غبار جوشکاری است که بر روی یک فیلتر از جنس فیبر شیشه‌ای نشاندۀ شده است [۱۲]. روش به صورت میدانی نیز در محل نگهداری هواپیما، مورد ارزیابی قرار گرفته است [۳، ۴]. صحت روش با استفاده از پروتکل خلاصه شده در یک گزارش فنی NIOSH تخمین زده شده است [۱۳].

انواع فیلترهای جایگزین نیز می تواند مورد استفاده قرار گیرد، به عنوان مثال، PTFE، فیلترهای فیبر شیشه‌ای بدون پیوند، یا فیلترهای فیبر کوارتز. مواد فیلتر باید قبل از استفاده جهت تضمین پایداری کروم شش ظرفیتی مورد آزمایش قرار گیرند. فیلترها را می توان قبل از استفاده با باز (قلیا) برای جلوگیری از کاهش کروم شش ظرفیتی در طول نمونه برداری در محیط‌های با آهن بالا و یا اسیدی، عمل آوری نمود.

کروم، شش ظرفیتی، در نمونه های گرد و غبار نشسته شده

هدف: برآورد مقدار کروم شش ظرفیتی محلول در گرد و غبار نشسته شده.

حد تشخیص: ۱ μg کروم شش ظرفیتی در هر نمونه

تجهیزات میدانی: ۱. کیت تست کرومات (معرف دی فنیل کاربازید)، (کیت کرومات کمتریکس یا معادل آن)

۲. سولفوریک اسید، ۲۰ درصد وزنی - حجمی (موجود در داخل کیت)

۳. محلول استخراج، ۲% NaOH/3% Na₂CO₃ در آب بدون یون

۴. آب بدون یون

۵. لوله سانتریفیوژ، ۱۵ ml، مدرج، پلاستیکی شفاف با درب پیچی، یکبار مصرف

۶. اسپاتول، ظرفیت حدودی ۰/۱ مترمکعب

۷. کاغذ pH

روش اجراء:

۱. یک اسپاتول پر (تقریباً ۰/۱ مترمکعب؛ به اندازه یک نخود کوچک) از نمونه گرد و غباری مورد آنالیز را در یک لوله سانتریفیوژ ۱۵ ml پلاستیکی شفاف قرار دهید. تا علامت ۲ ml محلول استخراج اضافه کنید. درب لوله را ببندید و به شدت تکان دهید.

۲. اجازه دهید تا لوله به مدت ۱۰ دقیقه یا بیشتر بماند و هر از گاهی لوله را تکان بدهید.

نکته: به آرامی گرم کردن لوله در آب گرم حساسیت آزمون را افزایش می دهد.

۳. درب لوله سانتریفیوژ را باز کرده و تا علامت ۷ ml آب بدون یون اضافه کنید. مخلوط کنید و اجازه دهید باقیمانده ته نشین شود.

۴. ۳ ml از محلول رویی را به یک لوله دیگر دکانته کرده و یا با پیپت بریزید.

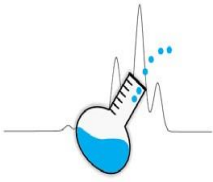
نکته: اگر نمونه بیش از حد کدر باشد، نمونه بایستی فیلتر شود.

۵. ۹ قطره سولفوریک اسید ۲۰ درصد (۳ قطره به ازای هر میلی لیتر مایع دکانته شده) اضافه کرده، درب لوله را بسته و سر و ته کنید تا محتوایات مخلوط شوند.

۶. pH محلول را با کاغذ pH چک کنید. در صورت لزوم قطره قطره سولفوریک اسید ۲۰ درصد اضافه کنید تا pH به زیر یک برسد.

۷. دستوالعمل‌ها را تا تشکیل رنگ دنبال کنید.

نکته: برای تعیین دقیق تر کروم شش ظرفیتی کل در گرد و غبار، یک نمونه جهت آنالیز با روش ۷۶۰۰ یا ۷۶۰۴ به آزمایشگاه ارسال نمایید.

	متانول METHANOL	شماره روش: تاریخ انتشار:
RTECS : PC1400000 CAS: ۶۷-۵۶-۱	فرمول شیمیایی: CH₃OH وزن مولکولی: ۳۲/۰۴	
مترادف‌ها: متیل الکل؛ الکل چوب؛ کرینول؛ نفت چوب؛ جوهر چوب خصوصیات: نقطه جوش °C ۶۴/۵؛ فشار بخار ۱۱۵ mmHg (۱۵/۳ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۰/۷۹۲ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۶٪ تا ۳۶٪ حجمی در هوا		
حدود مجاز OSHA: 200 ppm NIOSH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) ACGIH: 200 ppm (skin), 250 ppm STEL (skin) Note: 1 ppm = 1.310 mg/m3 @ NTP		
سنجش دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ 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): متانول جداساز: ۱ mL ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) دمای تزریق: °C ۲۵۰ دمای آشکارساز: °C ۳۰۰ دمای ستون: °C ۵۰ تا °C ۹۰ (°C/min ۸) گاز حامل: هلیوم (۲/۶ mL/min) ستون: موئین؛ Rtx-35، فیلم ۳ میکرومتری (۳۵٪ دی فیل پلی سیلوزان - ۶۵٪ دی متیل پلی سیلوزان) یا انواع مشابه نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید.	نمونه برداری نمونه بردار: لوله جاذب جامد، زغال فعال پوست نارگیل 100 mg/50 دبی: ۰/۱ - ۰/۱ L/min حداقل حجم: ۱،۵ لیتر در ۲۵ پی پی ام حداکثر حجم: ۸ لیتر حمل و نقل: عادی و معمولی ماندگاری نمونه: حداقل ۸ روز در °C ۲۵ نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست	

احتیاط‌های ویژه	صحت
متانول قابل اشتعال است و خطر بالایی از نظر انفجار و اشتعال دارد. همچنین سمیت متوسطی از راه تنفسی و گوارشی دارد. ایزوپروپانول نیز قابل اشتعال است و خطر حریق آن بالاست. لباس حفاظتی مناسب پوشیده و در زیر هود با این ترکیبات کار کنید.	
کاربرد	
مداخله گر خاصی شناسایی نشده است. با این حال هر ترکیبی که زمان ماند آن مشابه متانول باشد می تواند ایجاد تداخل کند.	
روش‌های دیگر	
تجهیزات ✓ نمونه‌بردار، لوله سیلیکاژل، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که هر دو انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند. نکته: در شرایط رطوبت نسبی بالا یا تراکم بالای متانول از لوله های بزرگتر با شرایط زیر استفاده کنید: ✓ طول ۱۵ cm و قطر داخلی ۸ mm، حاوی سه بخش سیلیکاژل (۷۰۰، ۱۵۰ و ۱۵۰ میلی گرم) ✓ پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی ۰/۲ – ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ✓ دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین RTX-35 ✓ حمام اولتراسونیک ✓ ویال های نمونه گیر خودگار، با درپوش پیچ دار PTFE ✓ سرنگ های میکرولیتری؛ ۱۰ میکرولیتر و اندازه های مناسب دیگر با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری ✓ بالن ژوژه در اندازه های مختلف ✓ پیپت در اندازه های مختلف	مواد شیمیایی مصرفی • متانول، با خلوص آزمایشگاهی • آب؛ مقطر و تصفیه شده • ایزوپروپانول؛ با خلوص آزمایشگاهی • هلیوم، خالص • هیدروژن، خالص • هوای، تصفیه شده • محلول جداسازی؛ ۵٪ ایزوپروپانول در ۹۵٪ آب مقطر • محلول مادر کالیراسیون، ۲۵/۳؛ ۲ μg/μL میکرولیتر متانول را به ۱۰ میلی لیتر محلول جداسازی اضافه کنید.

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین $0.2 - 0.5 \text{ L/min}$ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۵ لیتر انجام دهید. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و آن را به دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی

محتوای بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید. 1 mL از ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فوراً ببندید. برای کمک به جداسازی نمونه ویال ها را به مدت ۳۰ تا ۶۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی مورد نظر را پوشش دهد کالیبره کنید. سه جفت استاندارد (۲ تایی) باید گستره بین حد آشکارسازی ($\text{LOD} = 0.7 \mu\text{g}$) تا حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد. مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ترکیب آب/ایزوپروپیل الکل (۵/۹۵) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری). منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متانول). راندمان جدا سازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه اصلی و شاهد را خارج کرده و دور بیندازید. توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید. به منظور برقراری تعادل چند دقیقه منتظر بمانید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید. محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه محلول های استاندارد کاربردی و شاهد ها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری). نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم متانول بازیافت شده ترسیم کنید. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

محاسبات

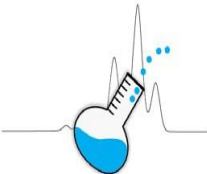
جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متانول موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

محاسبه غلظت (C) متانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$$

NOTE: $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

	شماره روش: ۱۰۰۵ تاریخ انتشار: ۱۵-۰۱-۱۹۹۸
متیلن کلراید METHYLENE CHLORIDE	
CAS: ۷۵-۰۹-۲ RTECS : PA8050000	فرمول شیمیایی: CH₂Cl₂ وزن مولکولی: ۸۴٫۹۴
مترادف‌ها: دی کلرومتان؛ متیلن دی کلراید خصوصیات: مایع؛ نقطه جوش °C ۴۰؛ نقطه ذوب °C -۹۵؛ فشار بخار ۳۴۹ mmHg (۴۷ kPa) در °C ۲۵؛ دانسیته ۱٫۳۲۳ g/mL در °C ۲۰؛ غیر قابل اشتعال	
حدود مجاز مواجهه OSHA: ۲۵ پی پی ام؛ ۱۲۵ پی پی ام مواجهه کوتاه مدت NIOSH: کمترین مقدار ممکن؛ سرطانزا ACGIH: ۵۰ پی پی ام؛ مشکوک به سرطانزایی (1 ppm = 3.47 mg/m³)	
سنجش دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ 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): متیلن کلراید جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید حجم تزریق: ۱ µL دمای تزریق: °C ۲۵۰ دمای آشکارساز: °C ۳۰۰ دمای ستون: °C ۸۰ تا °C ۱۵۰ (۱۰ °C/min) گاز حامل: هلیوم (۲/۴ mL/min) ستون: موئین، پروپیلن گلیکول؛ Stabilwax نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. مساحت پیک را محاسبه کنید.	نمونه برداری نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوای لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC #226-01, Supelco ORBO-32s یا انواع مشابه). دبی: ۰/۲ - ۰/۱ L/min حداقل حجم: ۰٫۵ لیتر حداکثر حجم: ۲٫۵ لیتر حمل و نقل: عادی و معمولی ماندگاری نمونه: حداقل ۸ روز در °C ۲۵ نمونه های شاهد: ۲ تا ۱۰ نمونه شاهد در هر ست
احتیاط های ویژه	

کربن دی سولفید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار و انفجار است (نقطه اشتعال ۳۰- درجه سانتیگراد). متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کرده و فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.

مداخله گر ها

هر ترکیبی که زمان ماند آن در ستون گاز کروماتوگرافی مشابه متیلن کلراید باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در رطوبت های بالا ظرفیت لوله ذغال فعال کاهش می یابد.

مواد شیمیایی مصرفی

تجهیزات

پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکار ساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

ویال های اتوسمپلر، با درپوش پیچ دار PTFE

سرنگ های ۱۰ میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب (در صورت لزوم)، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

بالن ژوژه در اندازه های مختلف

پیپت در اندازه های مختلف

متیلن کلراید؛ خلوص کروماتوگرافی

کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی

هلیوم، خالص

هیدروژن، خالص

هوا، تصفیه شده

نمونه برداری

پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. بخش جلویی و عقبی نمونه بردار را برای جلوگیری از انتقال متیلن کلراید به بخش عقبی، از هم جدا کنید. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

آماده سازی

محتوای بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید. ۱ mL از کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید. نکته: در اثر افزودن کربن دی سولفید گرمای زیادی ایجاد می شود. برای جلوگیری از تقلیل نمونه، قبل از بکارگیری کربن دی سولفید آن را خنک کنید. ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و برای تسهیل در جداسازی گهگاهی آن را تکان دهید.

کالیبراسیون و کنترل کیفیت

روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱/۴ تا ۲۶۰۰ میکروگرم متیلن کلراید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. مقدار مشخصی از متیلن کلراید را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم برسانید. نکته: می توانید یک استاندارد داخلی مانند ۲-بوتانول یا هگزان را به کربن دی سولفید اضافه کنید. محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری). منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متیلن کلراید). راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر شش غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور ببندازید.
مقدار مشخصی از متیلن کلراید را مستقیماً به محتوای بخش جلویی لوله تزریق کنید.
چند دقیقه منتظر بمانید تا تعادل با هوای محیط برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
نمونه ها را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم متیلن کلراید باز یافت شده ترسیم کنید.
سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

محاسبات

جرم بر حسب μg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیلن کلراید موجود در بخش جلویی (W_f) و عقبی (W_b) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B_f) و عقبی (B_b) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
نکته: اگر $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.
محاسبه غلظت (C) متیلن کلراید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$$

ارزشیابی روش

روش مذکور در ابتدا برای کلرومتان ارزیابی شد (روش S329 و در محدوده ۱۷۰۰ تا ۷۱۰۰ میلی گرم بر متر مکعب در دمای ۲۵ درجه سانتی گراد و فشار ۷۶۳ میلی متر جیوه با استفاده از نمونه ۱ لیتری اعتبارسنجی شد [۲، ۷]. دقت کلی (rT) با استفاده از آشکارساز یونیزاسیون شعله ای ۰،۰۷۳ با بازدهی ۹۵،۳٪ (انحراف غیر معنی دار) بود. غلظت کلرومتان به طور مستقل توسط پمپ سرنگ کالیبره شده تأیید شد. راندمان جذب سطحی ۰،۹۷ در محدوده ۱،۳ تا ۵،۳ میلی گرم کلرومتان در هر نمونه بود. شکست (۵٪ در بخش پشتیبان) در ۱۸،۵ دقیقه زمانی رخ داد که نمونه برداری از جو حاوی ۶۷۲۶ میلی گرم بر متر مکعب کلرومتان با سرعت جریان ۰،۱۸۷ لیتر بر دقیقه در ۰٪ رطوبت نسبی انجام می شد. پایداری کلرومتان روی کربن فعال در توسعه اولیه روش تعیین نشد.

روش ۱۰۰۵ برای کلرومتان با استفاده از آشکارساز الکترون گیر (ECD) ارزیابی شد [۳]. تولوئن به عنوان بهترین حلال جذب سطحی برای استفاده با ECD تعیین شد. راندمان جذب سطحی ۷۵٪ در سطح افزودنی ۲۳۰ نانوگرم تعیین شد. پس از ۳۰ روز نگهداری در دمای ۵ درجه سانتی گراد، پایداری نمونه های ۳۲۰ نانوگرمی کلرومتان ۸۷،۳٪ تعیین شد [۳]. معیار پایداری ذخیره سازی NIOSH مبنی بر ۹۰٪ بازدهی در بازه اطمینان ۹۵٪ از ۸۰،۹ تا ۹۳،۷٪ قرار داشت.

منابع

- [1] Pendergrass SM [1997]. Backup Data Report for Methylene Chloride by ECD. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational and Health, DPSE (NIOSH)(unpublished report).
- [2] NIOSH [1977]. Documentation of the NIOSH Validation Tests. S329. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-185.
- [3] NIOSH [1997]. Analytical Report for Methylene Chloride, Data Chem, NIOSH Sequence #8799-L (unpublished report).
- [4] OSHA [1986]. Methylene Chloride: Method 59. OSHA Analytical Methods Manual. Salt Lake City, Utah: DOL, Occupational Safety and Health Administration.
- [5] NIOSH [1994]. Methylene Chloride: Method 1005. In: Eller PM, Cassinelli ME, eds. NIOSH Manual of Analytical Methods, 4th ed. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, DHHS (NIOSH) Publication No. 94-113.
- [6] OSHA [1990]. Methylene Chloride: Method 80. OSHA Analytical Methods Manual. Salt Lake City, Utah: DOL, Occupational Safety and Health Administration.
- [7] NIOSH [1977]. Method S329: Methylene Chloride. In: Taylor DG, ed. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V3. Cincinnati, OH: National Institute for Occupational Safety and Health, DHEW (NIOSH) Publication No. 77-157-A.

پیوست. شرایط اندازه‌گیری کلرومتان با GC-ECD

- جذب سطحی 1: میلی‌لیتر تولوئن، ۳۰ دقیقه با تکان دادن
- کالیبراسیون: محلول‌های کلرومتان در تولوئن
- محدوده 0.23 تا ۱,۰ میکروگرم در هر نمونه (ابزاری) [1]
- حد تشخیص برآورد شده 0.002: میکروگرم در هر نمونه [1]
- دقت 0.050 (r): در ۳۲۰ میکروگرم
- ستون آنالیتیکال، برنامه دمایی GC و حجم تزریق: همانند صفحه ۱۰۰۵-۱

مقایسه OSHA و NIOSH

بررسی روش های سازمان های OSHA و NIOSH به منظور سنجش و آنالیز مواد شیمیایی در هوای محیط کار، نشان می دهد که این دو سازمان در موارد بسیاری، برای مواد شیمیایی یکسان، روش های متفاوتی را عرضه کرده اند. درباره برخی مواد نیز فقط یکی از این سازمان ها دارای روش استاندارد سنجش و آنالیز است. لذا جدول زیر، به منظور مقایسه روش های این دو سازمان برای مواد شیمیایی مختلف ارائه می شود.

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
A				
۱	ACETALDEHYDE	-	68	
۲	ACETIC ANHYDRIDE	3506-2	102	
۳	ACETIC ACID	1603-2	-	
۴	ACETOIN	-	1012	
۵	ACETONE	2027	69	متد مربوط به این ماده در NIOSH تحت عنوان «کتون ها» است.
۶	ACETONITRILE	1606-3	-	
۷	ACRIDINE	-	58	
۸	ACROLEIN	-	52	
۹	ACRYLONITRILE (VINYL CYANIDE)	1604-2	37	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۰	ALCOHOLS I	1400-2	-	
۱۱	ALCOHOLS II ALCOHOLS III	1401-2	-	
۱۲	ALCOHOLS IV	1403-3	-	
۱۳	ALCOHOLS COMBINED	1450-2	-	
۱۴	ALDICARB	5601	74	متد مربوط به این ماده در NIOSH تحت عنوان «سموم ارگانونیتروژنه» است.
۱۵	ALKALI METAL CATIONS Na ⁺ , K ⁺ , Li ⁺	7405	-	روش های OSHA برای کاتیون ها شامل کاتیون لیتیم نمی شود.
۱۶	ALLYL CHLORIDE	1000-2	-	
۱۷	AMMONIA	6016 6015-2	ID-188	متد 6016: آنالیز با روش کروماتوگرافی یونی متد 6015-2: آنالیز با روش اسپکتروفتومتری ناحیه مرئی
۱۸	AMINES, AROMATIC	2002-2	-	
۱۹	AMMONIUM CHLORIDE FUME	-	ID-188	
۲۰	ANISIDINE	2514	-	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۱	ANTHRACENE	-	58	
۲۲	ANTIMONY & COMPOUNDS (as Sb)	-	ID-125G	
۲۳	AROMATIC HYDROCARBONS	1501-3	-	
۲۴	ARSENIC, INORGANIC COMPOUNDS (as As)	7302 7306	1006 5003	7302، 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
				متد 1006: هضم مایکروویو درون ظرف‌های باز (Open Vessel) و آنالیز به روش طیف سنجی جرمی پلاسمای جفت القایی (ICP-MS) متد 5003: جمع‌آوری نمونه با فیلترهای استر سلولزی مخلوط (Mixed Cellulose Ester Filters)
۲۵	ARSENIC, organo	5022	-	
۲۶	ARSINE	6001	-	
۲۷	ASBESTOS	7400 9000	ID-160 ID-191	متد 7400: آنالیز با استفاده از میکروسکوپ فاز کنتراست (PCM) انجام می‌شود. متد 9000: آنالیز به روش پراش اشعه ایکس (XRD) است.
				متد ID-160: آنالیز با استفاده از میکروسکوپ الکترونی عبوری (TEM)

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
				متد ID-191: آنالیز با میکروسکوپ نوری فاز کنتراست (PCM)
B				
۲۸	BENZENE	3900	1005 5000	متد 3900: نمونه برداری از بنزن در متد ۳۹۰۰ تحت عنوان «نمونه برداری از ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10 به روش کانیستر» آمده است. متد 5000 تحت عنوان: نمونه برداری از بخارات آلی گروه ۱ (OVSG-1)
۲۹	BENZO[A]PYRENE	-	58	
۳۰	BENZOYL PEROXIDE	5009	-	
۳۱	BERYLLIUM & COMPOUNDS	7302 7306 7704	1023	7302، 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود. متد 7704: آنالیز با روش فلورومتری UV/VIS
۳۲	BIS(CHLOROMETHYL) ETHER	-	10	
۳۳	BISPHENOL A	-	1080	
۳۴	BROMINE	-	ID-108	
۳۵	BUTADIENE (1,3-BUTADIENE)	-	56	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۳۶	BUTYL ACRYLATE	-	PV2011	
C				
۳۷	CADMIUM	7302 7304 7306	1006 5003 ID-125G ID-206	متد 7302: تجزیه عناصر با روش ICP (هضم مایکروویو). نمونه برداری با فیلترهای میکس استرسلولز و آنالیز به روش پلاسمای آرگون جفت شده القایی، طیف‌سنجی انتشار اتمی (ICP-AES) متد 7304: نمونه برداری با فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) و آنالیز به روش پلاسمای آرگون جفت شده القایی، طیف‌سنجی انتشار اتمی (ICP-AES) متد 7306: آنالیز به روش پلاسمای جفت شده القایی و طیف‌سنجی نشر اتمی (ICP-AES)
				متد 1006: هضم مایکروویو درون ظرف‌های باز (Open Vessel) و آنالیز به روش طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت القایی (ICP-MS) متد 5003: جمع‌آوری نمونه با فیلترهای استر سلولزی مخلوط (Mixed Cellulose Ester Filters) متد ID-125G: آنالیز به روش پلاسمای جفت القایی (ICP)

نام ماده		شماره متد		ملاحظات
		NIOSH	OSHA	
				متد ID-206: آنالیز ذرات ناشی از عملیات لحیم کاری و آنالیز به روش ICP
۳۸	CARBARYL (SEVIN)	5601	63	عنوان متد مربوط به این ماده در نایوش «سموم ارگانونیترورژنه» است.
۳۹	CARBON BLACK	5100	-	
۴۰	CARBON DIOXIDE	-	1027 ID-172	متد 1027: اندازه گیری با روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) متد ID-172: اندازه گیری با تکنیک اسپکتروسکوپی جذب اتمی (AAS)
۴۱	CARBON MONOXIDE	6604	1026 ID-210	متد 1026: در این متد اندازه گیری با حسگرهای الکتروشیمیایی صورت میگیرد و نیاز به آنالیز آزمایشگاهی نیست. متد ID-210: آنالیز با دستگاه کروماتوگرافی (GC) در آزمایشگاه صورت میگیرد. دقیق تر است.
۴۲	CARBONYL FLUORIDE	-	110	
۴۳	CHLORDANE	-	67	
۴۴	CHLOROPRENE	1002-2	-	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۴۵	CHLORINE DIOXIDE	-	ID-202	
۴۶	CHLORINE TRIFLUORIDE	-	110	
۴۷	CHLORINE	-	ID-101	
۴۸	CHLOROACETIC ACID	2008	-	
۴۹	CHLOROACETALDEHYDE (2-CHLOROETHANAL)	-	76	
۵۰	CHLOROFORM (TRICHLOROMETHANE)	-	05	
۵۱	CHLOROMETHYL METHYL ETHER	-	10	
۵۲	CHLORPYRIFOS	-	62	
۵۳	CHROMIC ACID & CHROMATES	-	2.ID-215	
۵۴	CHROMIUM VI COMPOUNDS (HEXA VALENT CHROMIUM)	7600 7605 7703-2 3506-2	ID-215.2 ID-125G W4001	متد 7600: آنالیز با طیف‌سنجی جذب اتمی متد 7605: آنالیز با طیف‌سنجی فلورسانس اشعه ایکس (XRF) متد 7703-2: آنالیز با کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) با اسپکتروفتومتری قابل حمل - میدانی

نام ماده		شماره متد		ملاحظات
		NIOSH	OSHA	
				متد 2-3506: آنالیز با اسپکتروفتومتر UV-VIS
				متد ID-215.2: آنالیز با طیف‌سنجی جذب اتمی بخار سرد (CVAAS) متد ID-125G: آنالیز با طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) یا طیف‌سنجی نشر پلاسمای جفت القایی (ICP-AES) متد W4001: آنالیز به روش کروماتوگرافی یونی
۵۵	CHRYSENE COAL TAR PITCH VOLATILES (CTPV) COKE OVEN EMISSIONS (COE) SELECTED POLYNUCLEAR AROMATIC HYDROCARBONS (PAHs)	-	58	
۵۶	COBALT METAL, DUST & FUME (as Co)	7302 7304 7306	1006 (FUME) ID-125G (DUSTS & MISTS)	متد 7302، 7304 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۵۷	COPPER, DUSTS & MISTS (as Cu)			متد 1006: هضم با انرژی مایکروویو درون ظرف‌های باز (Open Vessel) و آنالیز به روش طیف‌سنجی جرمی پلاسمای جفت القایی (ICP-MS) متد ID-125G: آنالیز با طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) یا طیف‌سنجی نشر پلاسمای جفت القایی (ICP-AES)

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۵۸	CRESOLS	-	32	
۵۹	CROTONALDEHYDE	-	81	
۶۰	CYANIDES (as CN)	-	ID-120	
۶۱	CYCLOHEXANE	1500-3	1022	
۶۲	CYCLOHEXANONE	1300-2	01	
D				
۶۳	DESFLURANE	-	106	
۶۴	DI-N-OCTYL PHTHALATE	-	104	متد 104 برای موارد زیر است:
۶۵	DI-SEC OCTYL PHTHALATE (DI(2-ETHYLHEXYL) PHTHALATE)			DIMETHYL PHTHALATE (DMP) DIETHYL PHTHALATE (DEP) DIBUTYL PHTHALATE (DBP) DI-2-ETHYLHEXYL PHTHALATE (DEHP) DI-n-OCTYL PHTHALATE (DNOP)
۶۶	DIACETYL	3900	1012	متد 3900: نمونه برداری از ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10 به روش کانیستر
۶۷	DIAZINON	5600	62	
۶۸	DDVP (DICHLORVOS)			

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۶۹	DICHLORODIFLUOROMETHANE	1018-2	-	
۷۰	DIESEL PARTICULATE MATTER (as Elemental Carbon)	5040	-	
۷۱	DIETHYLAMINE	-	41	
۷۲	DIETHYLENETRIAMINE	-	60	
۷۳	DIGLYCIDYL ETHER OF BISPHENOL A	-	1018	
۷۴	DIMETHYLAMINE (ANHYDROUS)	-	34	
۷۵	DIMETHYLFORMAMIDE(DMF) (N,N-DIMETHYLFORMAMIDE)	-	66	
۷۶	DINITROTOLUENE(DNT) (2,4-DINITROTOLUENE)	-	44	
۷۷	DIPHENYLAMINE (N-Isopropylaniline)	-	78	
۷۸	DIPROPYLENE GLYCOL METHYL ETHER ((2-METHOXYMETHYLETHOXY) PROPANOL)	-	101	
۷۹	DIVINYL BENZENE	-	89	
E				
۸۰	ELEMENTS by ICP (Microwave Digestion)	7302 7304	-	متدهای 7302 و 7304: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۸۱	ELEMENTS by Cellulosic Internal Capsule Sampler	7306	-	
۸۲	ENFLURANE	-	29 103	تفاوت روش‌های 29 و 103 در جمع‌آوری نمونه است.
۸۳	ESTERS 1	1450-3	-	
۸۴	ETHYL 2-CYANOACRYLATE	-	55	
۸۵	ETHYL ACRYLATE	-	92	
۸۶	ETHYL ALCOHOL (ETHANOL)	3900	5001	متد 3900: نمونه برداری از ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10 به روش کانیستر
				عنوان متد 5001: نمونه برداری از بخارات آلی گروه ۲ (OVSG-2) آنالیت‌های الکلی جمع‌آوری شده روی لوله‌های جاذب زغال سنگ
۸۷	ETHYLBENZENE (XYLENES (o-, m-, p-isomers))	3900	1002 5000	متد 3900: نمونه برداری از ترکیبات آلی فرار، C1 تا C10 به روش کانیستر
۸۸	ETHYL VINYL BENZENE	-	89	
۸۹	ETHYLAMINE	-	36	
۹۰	ETHYLENE DIBROMIDE (1,2-DIBROMOETHANE)	-	02	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۹۱	ETHYLENE DICHLORIDE (1,2-DICHLOROETHANE)	3800	03	متد 3800: عنوان متد در NIOSH « گازهای آلی و معدنی توسط اسپکترومتری طیف سنجی FTIR »
۹۲	ETHYLENE GLYCOL DINITRATE (EGDN)	-	43	
۹۳	ETHYLENE OXIDE	3800	1010v.2	
۹۴	ETHYLENE THIOUREA	-	95	
۹۵	ETHYLENEDIAMINE (EDA) (1,2-DIAMINOETHANE)		60	
F				
۹۶	& HF)-FLUORIDES (F	7906	ID-110	متد 7906: متد «ذرات فلورید و هیدرو فلوریک اسید توسط کروماتوگرافی یونی»
۹۷	FORMALDEHYDE	2016 5700	52 1007	متد 2016: نمونه برداری با فیلترهای PVC متد 5700: نمونه برداری با لوله‌های جاذب متد 52: آنالیز با کروماتوگرافی گازی با استفاده از آشکارساز انتخابی نیتروژن متد 1007: آنالیز با کروماتوگرافی مایع با آشکارساز uv
۹۸	FURFURAL		72	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
G				
۹۹	GLUTARALDEHYDE	2531	64	
H				
۱۰۰	HAFNIUM & COMPOUNDS	-	ID-121	این متد به طور کلی برای اندازه‌گیری ذرات فلزی و شبه‌فلزی در هوای محیط کار طراحی شده است.
۱۰۱	HALOTHANE	-	29 103	متد 29: نمونه برداری با لوله‌های جاذب کربن فعال متد 103: نمونه برداری توسط کیسه های تدار
۱۰۲	HEXAMETHYLENE DIISOCYANATE	-	W4002 5002	متد W4002: آنالیز با روش کروماتوگرافی مایع با کارایی بالا (HPLC) با آشکارساز فلورسانس و UV متد 5002: آنالیز با روش کروماتوگرافی مایع با راندمان خیلی بالا (UHPLC) با آشکارساز فلورسانس
۱۰۳	HEXONE (METHYL ISOBUTYL KETONE; MIBK)	2027	1004 5004	این ترکیب در جدول مترادف های متد 2027 «کتون ها» NIOSH آمده است. متد 1004: جمع آوری نمونه با لوله‌های جاذب کربن فعال متد 5004: جمع آوری نمونه با لوله‌های جاذب حاوی سیلیکاژل

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۰۴	HYDRAZINE	-	108	
۱۰۵	HYDRAZOIC ACID	-	ID-211	
۱۰۶	HYDROGEN CYANIDE	6010	1015	
۱۰۷	HYDROGEN PEROXIDE	-	1019	
۱۰۸	HYDROGEN SULFIDE	-	1008 1028	متد 1008: آنالیز با کروماتوگرافی یونی با آشکارساز هدایتی متد 1028: آنالیز با استفاده از سنسورهای الکتروشیمیایی
۱۰۹	HYDROQUINONE	5004	-	
I				
۱۱۰	INDIUM COMPOUNDS (as In)	7306	ID-121	
۱۱۱	IODINE	-	ID-212	
۱۱۲	IRON OXIDE FUME	7302 7304 7306	ID-125G	متدهای 7302، 7304 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۱۱۳	IRON SALTS, SOLUBLE (as Fe)	-	ID-125G	
۱۱۴	ISOBUTYL ACETATE	1450-3	1009 5000	n-Butyl Acetate Isobutyl Acetate

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
				sec-Butyl Acetate tert-Butyl Acetate (1009 متد)
۱۱۵	ISOBUTYL ALCOHOL (ISOBUTANOL)	1405-2	5001	
۱۱۶	ISOFLURANE	-	103	
۱۱۷	ISOPHORONE DIISOCYANATE	-	5002	
۱۱۸	ISOPROPYL ALCOHOL (2- PROPANOL)	3900	5001	
L				
۱۱۹	LEAD, INORGANIC (as Pb)	7082 7302 7304 7306 7701	1006 5003 ID-125G	متد 7082: آنالیز به روش اسپکتروفتومتر جذب اتمی شعله‌ای متدهای 7302، 7304، 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود. متد 7701: استخراج اولتراسونیک قابل حمل آنالیز با ولتاژمتری عاری سازی آنودی (ASV)
۱۲۰	LITHIUM HYDRIDE	-	ID-121	
K				
۱۲۱	KETONES	2027 1301-2	-	متد 2027: نمونه برداری با لوله جاذب جامد سیلیکاژل متد 1301-2: نمونه برداری با لوله جاذب جامد، ذغال فعال پوست نارگیل

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
M				
۱۲۲	M-PHENYLENEDIAMINE (1,3-PHENYLENEDIAMINE)	-	87	m-, o-, and p-Phenylenediamine
۱۲۳	M-TOLUIDINE	2002-2	73	o-TOLUIDINE m-TOLUIDINE p-TOLUIDINE متد 2002-2 NIOSH فقط برای o-TOLUIDINE بکار می‌رود.
۱۲۴	M-XYLENE- α,α' -DIAMINE	-	105	
۱۲۵	MALATHION	5600	62	متد مربوط به این ماده در NIOSH «آفت کش های ارگانوفسفره» است.
۱۲۶	MALEIC ANHYDRIDE	-	86	
۱۲۷	MANEB	-	107	
۱۲۸	MERCURY (ARYL & INORGANIC COMPOUNDS)	-	ID-145	
۱۲۹	MERCURY (VAPOR)	-	ID-140	
۱۳۰	METALWORKING FLUIDS (MWF) ALL CATEGORIES	5524	-	
۱۳۱	METHYLTIN CHLORIDES	5526	-	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۳۲	METHYL 2-CYANOACRYLATE (MCA)	-	55	
۱۳۳	METHYL ACRYLATE	-	92	
۱۳۴	METHYL ALCOHOL (METHANOL)	3800	5001	متد مربوط به این ماده در NIOSH تحت عنوان «گازهای آلی و معدنی توسط طیف سنجی مادون قرمز» است.
۱۳۵	METHYL BROMIDE	2520	-	
۱۳۶	METHYL CHLOROFORM (1,1,1-TRICHLOROETHANE)	-	14	
۱۳۷	METHYL ETHYL KETONE PEROXIDE	-	77	
۱۳۸	METHYL HYDRAZINE (MONOMETHYL HYDRAZINE)	-	20	
۱۳۹	METHYL ISOCYANATE (MIC)	-	54	
۱۴۰	METHYL MERCAPTAN (METHANETHIOL)	-	26	
۱۴۱	METHYL METHACRYLATE	3900	94	متد مربوط به این ماده در NIOSH تحت عنوان « ترکیبات آلی فرار(C1 تا C10)، متد کانیستر» است.
۱۴۲	METHYLAMINE	-	40	
۱۴۳	METHYLENE BIS(4-CYCLOHEXYLISOCYANATE)	-	5002	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۴۴	METHYLENE BISPHENYL ISOCYANATE (MDI; 4,4-DIPHENYLMETHANE DIISOCYANATE)			
۱۴۵	METHYLENE CHLORIDE (DICHLOROMETHANE)	3900	1025	متد مربوط به این ماده در NIOSH « ترکیبات آلی فرار (C1 تا C10)»، متد کانستر» است.
۱۴۶	METHYLENEDIANILINE (4-4'-METHYLENEDIANILINE; MDA)	-	57	
۱۴۷	MOLYBDENUM, DUST & INSOLUBLE COMPOUNDS (as Mo)	7302 7306	ID-125G	متدهای 7302 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۱۴۸	MOLYBDENUM, SOLUBLE COMPOUNDS	7302 7304	ID-125G	متدهای 7302 و 7304: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
N				
۱۴۹	N-BUTYL ACETATE	1450-3	1009 5000	
۱۵۰	N-BUTYL ALCOHOL (N-BUTANOL)	1401-2	5001	
۱۵۱	N-ISOPROPYLANILINE	-	78	
۱۵۲	N-Nitrosomethylethylamine (NMEA) N-Nitrosodiisopropylamine (NDiPA) N-Nitrosomethyl-n-butylamine (NMBA) N-Nitrosoethyl-n-butylamine (NEBA) N-Nitroso-n-propyl-n-butylamine (NPBA) N-Nitrosodiamylamine (NDAmA)	-	38	VOLATILE NITROSAMINE MIXTURE II

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۵۳	N-NITROSODIMETHYLAMINE (NDMA) N-NITROSODIETHYLAMINE (NDEA) N-NITROSODI-n-PROPYLAMINE (NDPA) N-NITROSODI-n-BUTYLAMINE (NDBA) N-NITROSOPIPERIDINE (NPIP) N-NITROSOPYRROLIDINE (NPYR) N-NITROSOMORPHOLINE (NMOR)	-	27	VOLATILE NITROSAMINE MIXTURE I
۱۵۴	N-NITROSODIETHANOLAMINE (NDELA)	-	31	
۱۵۵	N-NITROSODIPHENYLAMINE	-	23	
۱۵۶	N-PHENYL-β-NAPHTHYLAMINE	-	96	
۱۵۷	N-PROPYL ALCOHOL (N-PROPANOL)	1401-2	5001	
۱۵۸	NAPHTHA (COAL TAR)	1550-2	48	
۱۵۹	NAPHTHALENE	-	35	
۱۶۰	&NICKEL, METAL & INSOLUBLE SOLUBLE COMPOUNDS	7302 7304 7306	1006 ID-125G	متد 7302: اندازه گیری در نمونه های محلول
				متد 7304: اندازه گیری در نمونه های نامحلول متد 7306: اندازه گیری در نمونه های محلول
				متد 1006: مناسب برای نمونه های محلول

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
				متد ID-125G: مناسب برای هر دو حالت نمونه‌های محلول و نامحلول
۱۶۱	NITRIC OXIDE	-	ID-190	
۱۶۲	NITRIC ACID	7907	-	
۱۶۳	NITROAROMATIC COMPOUNDS	2005 2005-3	-	
۱۶۴	NITROGEN DIOXIDE	-	ID-182	
۱۶۵	NITROGLYCERIN(NG)	-	43	
۱۶۶	NITROUS OXIDE	3800	ID-166	
۱۶۷	NON-VOLATILE ACIDS - (Sulfuric Acid and Phosphoric Acid)	7908	-	
O				
۱۶۸	O-DIANISIDINE	-	71	
۱۶۹	O-TOLIDINE			
۱۷۰	ORGANIC AND INORGANIC GASES by Extractive FTIR Spectrometry	3800		
۱۷۱	ORGANOPHOSPHORUS PESTICIDES	5600	-	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۷۲	ORGANONITROGEN PESTICIDES	5601	-	
۱۷۳	ORGANOTIN COMPOUNDS (as Sn)	5504	-	
۱۷۴	OZONE	-	ID-214	
P				
۱۷۵	P-XYLENE- α,α' -DIAMINE	-	105	
۱۷۶	PARATHION	5600	62	متد مربوط به این ماده در نایوش « سموم اورگانوفسفره» است.
۱۷۷	p-CHLOROPHENOL	2014	-	
۱۷۸	PARTICULATES NOT OTHERWISE REGULATED, TOTAL	0501	-	
۱۷۹	PENTACHLOROPHENOL	-	39	
۱۸۰	p-NITROANILINE	5033	-	
۱۸۱	PERCHLOROETHYLENE (TETRACHLOROETHYLENE)	-	1001 5000	
۱۸۲	PHENANTHRENE	-	58	
۱۸۳	PHENOL	-	32	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۸۴	PHOSGENE (CARBONYL CHLORIDE)	-	61	
۱۸۵	PHOSPHINE	6002	1003	
۱۸۶	ANHYDRIDE/PHTHALIC ACID	-	90	
۱۸۷	PLATINUM METAL	7302 7304	ID-121 ID-130-SG	متدهای 7302 و 7304: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
				متد ID-121: طیف‌سنجی جذب اتمی (AAS) متد ID-130-SG: اسپکتروفتومتر جذب اتمی
۱۸۸	POLYMERIC 4,4'-METHYLENEDIPHENYL DIISOCYANATE (PAPI; polymeric MDI)	-	5002	
۱۸۹	PORTLAND CEMENT (Total Dust)	-	ID-207	
۱۹۰	POTASSIUM HYDROXIDE	7405	ID-121	
۱۹۱	PYRIDINE	1613-2	-	
۱۹۲	PROPARGYL ALCOHOL	-	97	
۱۹۳	PROPYLENE OXIDE (1,2-EPOXYPROPANE)	1612-2	88	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۱۹۴	PYRENE	-	58	
۱۹۵	PYRETHRUM	5008	70	
R				
۱۹۶	ROTENONE	5007	-	
۱۹۷	ROSIN CORE SOLDER PYROLYSIS PRODUCTS (as FORMALDEHYDE)	-	58	
S				
۱۹۸	SEC-BUTYL ACETATE	1450-3	1009 5000	
۱۹۹	SEC-BUTYL ALCOHOL (SEC-BUTANOL)	1401-2	5001	
۲۰۰	SELENIUM & COMPOUNDS	7302 7304 7306	ID-121	
۲۰۱	SILICA, CRYSTALLINE, MIXED RESPIRABLE (QUARTZ, CRISTOBALITE, TRIDYMITE)	7601-3 7602 7603	ID-142	متد 7601-3: اندازه گیری سیلیس کریستالی به روش اسپکتروفتومتری متد 7602: اندازه گیری سیلیکا، کریستالی قابل تنفس، توسط IR (قرص KBr) متد 7603: اندازه گیری کوارتز در گرد و غبار معدنی ذغال سنگ قابل تنفس توسط IR (رسوب مجدد)

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۰۲	SILVER, METAL & SOLUBLE COMPOUNDS (as Ag)	7302 7306	ID-206	متدهای 7302 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۲۰۳	SODIUM AZIDE	-	ID-211	
۲۰۴	SODIUM BISULFITE	-	ID-121	
۲۰۵	SODIUM HYDROXIDE	7405	ID-121	
۲۰۶	SODIUM METABISULFITE	-	ID-121	
۲۰۷	SODIUM TETRABORATE DECAHYDRATE	-	ID-121	
۲۰۸	SODIUM TETRABORATE PENTAHYDRATE	-	ID-121	
۲۰۹	SODIUM TETRABORATE, ANHYDROUS	-	ID-121	
۲۱۰	STODDARD SOLVENT	-	48	
۲۱۱	STYRENE (VINYL BENZENE; PHENYLETHYLENE)	3800	89 1014	
۲۱۲	STRYCHNINE	5016	-	
۲۱۳	SULFUR DIOXIDE	3800	1011	
۲۱۴	SULFUR TETRAFLUORIDE	-	110	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۱۵	SULFURYL FLUORIDE	6012	-	
T				
۲۱۶	TELLURIUM METAL & COMPOUNDS	7302 7304 7306	ID-121	متدهای 7302، 7304 و 7306: ابه ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۲۱۷	TERT-BUTYL ACETATE	-	1009	
۲۱۸	TETRACHLOROPHENOL	-	45	
۲۱۹	TETRAETHYL TIN	-	110	
۲۲۰	THIRAM	5005	-	
۲۲۱	TIN, INORGANIC COMPOUNDS (EXCEPT OXIDES) (as Sn)	-	ID-206	
۲۲۲	TOLUENE	3800 3900 1501-3	1021 111 5000	متد 3800: آنالیز با اسپکترومتری طیف سنجی مادون قرمز (FTIR) متد 3900: آنالیز با کروماتوگرافی گازی، طیف سنجی جرمی متد 1501-3: آنالیز با گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکار ساز FID
۲۲۳	TOLUENE-2,4-DIAMINE & TOLUENE-2,6-DIAMINE	-	65	

نام ماده		شماره متد		ملاحظات
		NIOSH	OSHA	
۲۲۴	TRICHLOROETHYLENE	3800	1001 5000	
۲۲۵	TRIETHYLENETETRAMINE (TETA)	-	60	
۲۲۶	TRIMELLITIC ANHYDRIDE	-	98	
۲۲۷	TRIMETHYLBENZENE, MIXED ISOMERS	-	1020 5000	متد 1020: نمونه برداری اکتیو و پسیو. استخراج بادی سولفید کربن / دی متیل فرمامید متد 5000: نمونه برداری فعال و استخراج بادی سولفید کربن
۲۲۸	TUNGSTEN CARBIDE (CONTAINING >2% Co, as Co)	-	ID-213	
۲۲۹	TUNGSTEN, METAL & INSOLUBLE COMPOUNDS (as W)	-	ID-213	
۲۳۰	TUNGSTEN, SOLUBLE COMPOUNDS	7306	ID-213	
۲۳۱	TURPENTINE	1551-2	-	
V				
۲۳۲	VALERALDEHYDE	2536	85	
۲۳۳	VANADIUM, RESPIRABLE DUST & FUME (as V ₂ O ₅)	7302 7304 7306	ID-125G	متدهای 7302، 7304 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۳۴	VINYL ACETATE	1453	51	
۲۳۵	VINYL BROMIDE	-	08	
۲۳۶	VINYL CHLORIDE (CHLOROETHYLENE)	-	75	
۲۳۷	VINYLDENE CHLORIDE	-	19	
۲۳۸	VM&P NAPHTHA	-	48	
۲۳۹	Volatile Organic Compounds, C1 to C10, Canister Method	3900	-	
۲۴۰	VOLATILE ACIDS by Ion Chromatography	7907	-	
X				
۲۴۱	XYLENE, ALL ISOMERS (DIMETHYLBENZENE)	3800 3900	5000	متد 3800: آنالیز با اسپکترومتری طیف سنجی مادون قرمز (FTIR) متد 3900: آنالیز با کروماتوگرافی گازی، طیف سنجی جرمی
۲۴۲	YTTRIUM	7302 7304 7306	ID-121	متدهای 7302، 7304 و 7306: به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
۲۴۳	ZINC CHLORIDE FUME	-	ID-125G	
۲۴۴	ZINC OXIDE, DUST & FUME	7502	ID-125G	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۴۵	ZINEB	-	107	
۲۴۶	ZIRCONIUM COMPOUNDS (as Zr)	7302 7304 7306	ID-121	متدهای 7302، 7304 و 7306: ۱ به ردیف ۳۷ مراجعه شود.
Number (1,2,3,...)				
۲۴۷	1,1,2,2-TETRACHLORO	1019-2	-	
۲۴۸	1,1,2-TRICHLORO-1,2,2-TRIFLUOROETHANE (FREON 113)	-	113	
۲۴۹	1,1,2-TRICHLOROETHANE	-	11	
۲۵۰	1,1-DICHLORO-1-NITROETHANE	1601-2	-	
۲۵۱	1,1-DICHLORO-1-FLUOROETHANE	-	113	
۲۵۲	2,2-1,1 TETRABROMOETHANE	2003-2	-	
۲۵۳	1- and 2-BROMOPROPANE	2552-1	-	
۲۵۴	1,3,5-TRIGLYCIDYL-S-TRIAZINETRIONE	-	1024	
۲۵۵	1,6-HEXAMETHYLENE DIISOCYANATE HOMOPOLYMER	-	5002	
۲۵۶	1-BROMOPROPANE 2-BROMOPROPANE	2552-1	1017	

		شماره متد		
نام ماده		NIOSH	OSHA	ملاحظات
۲۵۷	1-METHOXY-2-PROPANOL	-	99	
۲۵۸	1-METHOXY-2-PROPYL ACETATE	-	99	
۲۵۹	1-NITROPROPANE 2-NITROPROPANE	-	46	
۲۶۰	2,3-PENTANEDIONE	3900	1016	
۲۶۱	2,4,6-TRINITROTOLUENE	-	44	
۲۶۲	2,4-TOLUENE-DIISOCYANATE	-	5002	
۲۶۳	2,6-TOLUENE-DIISOCYANATE (TDI)	-	5002	
۲۶۴	2-BUTANONE (METHYL ETHYL KETONE; MEK)	2027	1004 5004	متد 1004: نمونه برداری با لوله های نمونه برداری Anasorb CMS (الک مولکولی کربن) متد 5004: نمونه برداری از طریق دو لوله جاذب سیلیکاژل که به صورت سری به هم متصل شده اند.
۲۶۵	2-BUTOXYETHANOL	-	5001	
۲۶۶	2-BUTOXYETHYL ACETATE (BUTYL CELLOSOLVE ACETATE)	-	83	
۲۶۷	2-ETHOXYETHANOL (CELLOSOLVE; GLYCOL MONOETHYL ETHER)	-	53	

نام ماده		شماره متد		ملاحظات
		NIOSH	OSHA	
۲۶۸	2-ETHOXYETHYL ACETATE (CELLOSOLVE ACETATE)	1450-3	53	
۲۶۹	2-METHOXY-1-PROPANOL 2-METHOXY-1-PROPYL ACETATE	-	99	
۲۷۰	2-METHOXYETHANOL (METHYL CELLOSOLVE)	1403-3	53	
۲۷۱	2-METHOXYETHYL ACETATE (METHYL CELLOSOLVE ACETATE; ETHYLENE GLYCOL METHYL ACETATE)	1451-2	53	
۲۷۲	2-NITROPROPANE	-	15	
۲۷۳	3,3'-DICHLOROBENZIDINE (and its salts)	5509	65	
۲۷۴	4,4'-METHYLENE BIS(2- CHLOROANILINE)	-	71	
۲۷۵	4-AMINODIPHENYL	-	93	