|  |  |
| --- | --- |
| **اسپکتراسید** | **Spectracide** |
| **فرمول شیمیایی**: C12H21N2O3PS**وزن مولکولی**: 34/304 | **CAS** : 333-41-5**RTECS** : TF3325000 |
| **فرمول ساختاری:** (C2H5O)2P(=S)O(C 4HN2)(CH3)CH(CH3)2 |
| **اسامی دیگر**: دیازینون ؛ Phosphorothioic acid, O,O-diethyl O-[6-methyl-2-(1-methylethyl)-4-pyrimidinyl] ester |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش بالاتر از ˚c 120 ؛ فشار بخار mmHg 4-10× 4/1 (Pa 019/0) در ˚c 20 ؛دانسیته مایع g/mL 118/1- 116/1 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:0.1 mg/m3 **NIOSH**: 0.1 mg/m3 **ACGIH**: 0.1 mg/m3 (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: اسپکتراسید بسیار سمی بوده و در هنگام کار با آن، باید احتیاطات ویژه ای به منظور اجتناب از تنفس یا تماس پوستی مانند استفاده از دستکش و لباس های مناسب صورت بگیرد. تولوئن آتش گیر و سمی می باشد. استون نیز آتش گیر است. باید همه نمونه ها را زیر هود آماده کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اسپکتراسید و تری فنیل فسفات (اختیاری)؛ با درجه خلوص آنالیتیکی
2. تولوئن با درجه خلوص آنالیتیکی علف کش
3. استون با خلوص آزمایشگاهی ACS یا بالاتر
4. محلول واجذب، 50 میلی لیتر استون را در یک بالن ژوژه 500 میلی لیتری ریخته و آن را با تولوئن به حجم برسانید.

نکته: برای تعیین استاندارد داخلی بهینه، 1 میلی لیتر محلول 5 میلی گرم بر میلی لیتر تری فنیل فسفات در تولوئن را به 500 میلی لیتر محلول واجذب اضافه کنید.1. محلول استوک کالیبراسیون اسپکتراسید، mg/mL 10 ؛ محلول های استاندارد اسپکتراسید را در ترکیب تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) 90/10 تهیه کنید. اسپکتراسید در حداقل 10 میلی گرم بر میلی لیتر قابل حل می باشد.
2. محلول spike مورد استفاده برای کالیبراسیون؛ محلول spike ممکن است حاوی بیشتر از یک آنالیت باشد. به عنوان نمونه:
* محلول SS-1 spike: محلول استوک نشان داده شده در ستون F جدول 1 را تا 10 میلی لیتر با تولوئن یا نسبت حجمی 90/10 تولوئن/استون رقیق کنید.
* محلول SS-2 spike: یک میلی لیتر از محلول SS-1 را با استفاده از تولوئن در یک بالن ژوژه 10 میلی لیتری رقیق کنید
1. گازهای خالص شامل: هلیوم، هیدروژن، نیتروژن، هوای خشک و اکسیژن ( اگر مورد نیاز آشکارساز باشد).
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 5، قطر خارجی mm 13 و قطر داخلی mm 11؛ با خروجی که به یک لوله ای با طول 25 میلی متر و قطر خارجی 6 میلی متر ختم می شود. بخش وسیع تر لوله حاوی 270 میلی گرم جاذب XAD-2 با مش 20/60 بوده که توسط یک فیلتر با الیاف کوارتز و یک حلقه نگهدارنده از جنس پلی تترا فلورواتیلن در محل نگه داشته می شود. بخش جلویی لوله با استفاده از یک لایه فوم پلی اورتان از بخش عقبی که حاوی 140 میلی گرم جاذب XAD-2 جدا شده است. بخش عقبی توسط یک لایه فوم پلی اورتان در محل نگه داشته شده است. لوله ها در بازار موجود می باشند (OVS-2).

نکته: بعضی از لوله های OVS-2 حاوی فیلترهای فایبرگلاس می باشند. به هر حال این لوله ها، برای آنالیت های قطبی تر (آمیدها، فسفرآمیدها و سولفوکسیدها) خیلی خوب عمل نمی کنند.1. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 –2/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ترجیحا لوله سیلیکونی، پلی اتیلنی یا پلی تترا فلورواتیلنی متخلخل
2. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-نوری، فیلتر برای باند عبوری 525 نانومتر، ثبت کننده نمودار، وستون
3. ویال های شیشه ای، 4 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE؛ ویال شیشه ای نموگیر خودکار، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
4. سرنگ های 5، 10، 50 و 100 میلی لیتری برای تهیه محلول های استاندارد و تزریق به دستگاه GC
5. بالن ژوژه 2، 10 و 500 میلی لیتری
6. حمام اولتراسونیک
7. انبرک
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. نمونه بردار باید به صورت عمودی در منطقه تنفسی کارگران به گونه ای قرار گیرد که خللی در کار ایجاد نگردد.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 1 – 2/0 برای عبور حجم هوای 12 تا 240 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی نمونه بردار را گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. درپوش را از قسمت بزرگ بردارید و حلقه نگدارنده پلی تترا فلورواتیلن را جدا کنید; فیلتر و بخش XAD-2 جلویی را به یک ویال 4 میلی لیتری منتقل کنید. لایه فوم پلی اورتان همراه با XAD-2 باقیمانده را در ویال 4 میلی لیتری دیگر منتقل کنید.
2. mL 2 حلال واجذب را با استفاده از یک سرنگ 5 میلی لیتری یا پیپت 2 میلی لیتری به هر یک از ویال ها اضافه کنید. درپوش ویال ها را بگذارید.
3. 30 دقیقه صبر کنید، ویال ها را به طور تقریبی تا ارتفاع 15 میلی متری در حمام اولتراسونیک قرار دهید. به طور متناوب، ویال ها را به مدت 1 ساعت در یک شیکر قرار دهید.
4. 1 تا 5/1 میلی لیتر از محتوی هر ویال 4 میلی لیتری خارج کرده و به یک ویال 2 میلی لیتری GC انتقال دهید. سپس سرپوش آن را گذاشته و آن را برچسب گذاری کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی آنالیز را برای اسپکتراسید در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد کالیبراسیون (SS-1 یا SS-2 مطابق با برنامه ارائه شده در جدول 11) را در یک بالن ژوژه 2 میلی لیتری با محلول واجذب به حجم برسانید.

نکته: اگر محلول واجذب حاوی استاندارد داخلی باشد، 2 میلی لیتر از محلول واجذب را تحت جریان آرام نیتروژن در یک بالن ژوژه تغلیظ کرده تا حجم مشخصی از محلول های spike را آماده کنید. بعد از اضافه کردن محلول spike به محلول واجذب تغلیظ شده ، آن را تا 2 میلی لیتر توسط تولوئن یا محلول 90/10 تولوئن/ استون رقیق کنید.* یک شاهد کالیبراسیون از محلول واجذب unspike آماده کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و نمونه های کنترل آزمایشگاهی آنالیز کنید (مراحل 1- 3 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت در برابر میکرو گرم اسپکتراسید)، یا اگر استاندارد داخلی (IS) استفاده شود( نسبت مساحت پیک اسپکتراسید به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میکرو گرم اسپکتراسید).
1. نمونه های کنترل آزمایشگاهی (LCS) را توسط هر یک از ست های نمونه ها آماده کنید.
* درپوش قسمت بزرگ لوله نمونه بردار را بردارید. سطح فیلتر با الیاف کوارتزی را با 30 میکرولیتر از محلول SS-1 spike آغشته کنید. درپوش آن را گذاشته و اجازه دهید برای مدت حداقل 1 ساعت بماند. ترجیحا، این عمل باید به محض رسیدن نمونه ها صورت پذیرد و همراه با نمونه های اصلی تا هنگام آنالیز نگهداری شوند.
* یک نمونه بردار unspike را بعنوان شاهد آماده کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد و محلول های استاندارد آنالیز کنید (مراحل 1- 3 نمونه برداری).
1. هنگامی که این روش را درمورد دیگر ترکیبات ارگانوفسفره به کار می برید، آزمایش کارایی جداسازی حداقل (DE) به صورت زیر اجرا می گردد :
* NIOSH REL، OSHA PEL، یا ACGIH TLV را بر حسب میلی گرم بر متر مکعب تعیین کنید.
* محلول SS-1 spike را آماده کنید. ( به جدول 1 مراجعه کرده و یا فرمول زیر را استفاده کنید که عبارتست از محاسبه وزن آنالیت برای اضافه کردن آن به 10 میلی لیتر تولوئن/استون 90/10)

برای REL بزرگتر از 1 میلی گرم بر متر مکعب ( با فرض حجم کل 12 لیتر)، W=REL×4 m3برای REL کوچکتر مساوی1 میلی گرم بر متر مکعب ( با فرض حجم کل 120 لیتر)، W=REL×40 m3که در این جا W برابر با وزن (mg) آنالیت برای حل کردن آن در 10 میلی لیتر محلول جداسازی است. (SS-1)= 10/W میلی لیتر که در آن (SS-1) برابر با غلظت محلول اسپایک SS-1 بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.(SS-2)= (SS-1) ×1/0 که در آن (SS-2) برابر با غلظت محلول اسپایک (SS-2) می باشد.* سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید. غلظت در هر مرحله را می توان با استفاده از فرمول موجود در ENTRY20 ، بخش دوم جدول 1 محاسبه کرد.
* درپوش پلاستیکی را از بخش بزرگ انتهایی برداشته و حجم مناسبی از محلول spike را در سطح فیلتر با الیاف کوارتزی مطابق با آنچه در بخش 1 جدول 1 ارائه شده ، استفاده کنید.
* درپوش نمونه بردار را گذاشته و اجازه دهید که در طول شب باقی بماند.
* لوله ها را برای آنالیز آماده کنید(مراحل 1 تا 4 آماده سازی)
* توسط استانداردهای مایع آنالیز کنید( مراحل 1 و 2 اندازه گیری)
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم اسپکتراسید بازیافت شده ترسیم کنید.
* ملاک جداسازی قابل قبول برای 6 استاندارد بالاتر از 75% با انحراف معیار کوچکتر مساوی 9% می باشد
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): اسپکتراسید
* جداساز: mL 2 تولوئن/استون با نسبت حجمی (V/V) 90/10
* دمای تزریق: C ْ 240
* دمای آشکارساز:C ْ 215-180
* دمای ستون: C ْ 275- 100
* زمان ماند: 37/23 دقیقه
* گاز حامل: هلیوم
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال واجذب رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک اسپکتراسید و استاندارد داخلی را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: ارگانوفسفات ها مختلف می توانند به همراه اسپکتراسید واجذب شده و ایجاد تداخل نمایند. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) اسپکتراسید موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: فیلتر با بخش جلویی ترکیب شده است. اگر Wb>Wf/10 ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.1. محاسبه غلظت (C) اسپکتراسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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