|  |  |
| --- | --- |
| **دی اُکسان** | **dioxane** |
| **فرمول شیمیایی**: C4H8O2**وزن مولکولی**: 11/88 | **CAS** : 123-91-1**RTECS** : JG8225000 |
| **اسامی مترادف**: 1, 4-دی اتیلن دی اکسید؛ دی اتیلن اتر |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 101؛ نقطه ذوب ˚c 12؛ فشار بخار mmHg 29 (kPa 9/3) در ˚c 20؛ دانسیته g/mL 0337/1 در ˚c 20؛ گستره انفجار 2% تا 22% حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:100 ppm (skin) **NIOSH:** 1 ppm/30 min: carcinogen  **ACGIH**: 25 ppm (skin, carcinogen)  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (c ْ 30- = نقطه اشتعال). دی اکسان سمی بوده و موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی، نکروز کلیه و کبد و تحریک پوست شده و مظنون به سرطانزایی است. فقط در زیر هود با این ترکیبات کار کنید و از پوشش های حفاظتی مناسب استفاده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. حلال: کربن دی سولفید (خلوص کروماتوگرافی) به همراه 1/0% حجمی اکتان، دکان و یا استاندارد داخلی مناسب دیگر
2. دی اُکسان، خلوص آزمایشگاهی
3. محلول استوک راندمان جداسازی، mg/µL 1/0 ؛ 1 گرم دی اکسان را با پنتان به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
4. هلیوم، خالص
5. هیدروژن، خالص
6. هوای تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز پس از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1 نباید از kPa 4/3 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال ، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری و سایر اندازه های مناسب با درجه بندی 1/0 میکرولیتری.
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 1 میلی لیتری
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 5/0 تا 15 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 حلال را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را محکم ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی mg 7 – 01/0 دی اُکسان کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از دی اُکسان را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 10 میلی لیتر برسانید. با رقیق سازی مرحله ای محلول هایی را که حاوی mg/mL 7 – 01/0 هستند آماده کنید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک دی اُکسان به مساحت پیک استاندارد داخلی، در برابر میلی گرم دی اُکسان).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه سه شاهد آماده کنید.
* محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (1 تا 20 میکرولیتر) از دی اُکسان یا محلول استوک راندمان جداسازی را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم دی اُکسان بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): دی اُکسان
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید
* دمای تزریق: C ْ 225
* دمای آشکارساز:C ْ 250
* دمای ستون: C ْ 75
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 30)
* ستون: موئین، فولاد ضد زنگ

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک دی اُکسان را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی اُکسان موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

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

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