

جلد سوم



جمهوری اسلامی ایران  
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی  
مرکز سلامت محیط و کار



دانشگاه علوم پزشکی تهران  
پژوهشگاه محیط زیست

راهبهای شناسایی و ارزشیابی

# عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار



انبارها، دستهای عمل ها و اهنمه در های تخصصی مرکز سلامت محیط و کار

صلى الله عليه وسلم





جمهوری اسلامی ایران  
وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی  
مرکز سلامت محیط و کار



دانشگاه علوم پزشکی تهران  
پژوهشکده محیط زیست

# راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

الزاملات، دستورالعمل ها و، نمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار

مرکز سلامت محیط و کار

پژوهشکده محیط زیست

مهر ۱۳۹۱

- عنوان گایدلاین: شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

- کد الزامات: ۱-۰۹۰۸-۲۰۲-۲۰۵

- تعداد صفحات: ۲۸۶

### مرکز سلامت محیط و کار:

تهران - خیابان حافظ - تقاطع جمهوری اسلامی - وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی - مرکز سلامت محیط و کار

تلفن: ۰۲۱-۶۶۷۰۷۶۳۶، دورنگار: ۰۲۱-۶۶۷۰۷۴۱۷

<http://markazsalamat.behdasht.gov.ir>

### پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران:

تهران - خیابان کارگر شمالی - نرسیده به بلوار کشاورز - پلاک ۱۵۴۷ - طبقه هشتم

تلفن: ۰۲۱-۸۸۹۷۸۳۹۹، دورنگار: ۰۲۱-۸۸۹۷۸۳۹۸

<http://ier.tums.ac.ir>

### کمیته فنی تدوین راهنما

نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی/اسمت	محل خدمت
دکتر عبدالرحمن بهرامی	استاد/ رئیس کمیته	دانشگاه علوم پزشکی همدان
دکتر فریده گل بابایی	استاد	دانشگاه علوم پزشکی تهران
دکتر نوشین راستکاری	استادیار	پژوهشکده محیط زیست
مهندس فاضله کتایون مدیری	کارشناس/ دبیر کمیته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندس فاطمه صادقی	کارشناس/ عضو کمیته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندس فائزه ایزدپناه	کارشناس/ عضو کمیته	پژوهشکده محیط زیست

از سرکار خانم دکتر فریده گل بابایی که در تهیه این پیش نویس زحمات زیادی را متقبل شده اند صمیمانه سپاسگزاری می گردد.

## فہرست

### جلد اول

۱	۱- مقدمہ
۱	۲- اہداف
۲	۳- اصطلاحات و تعاریف
۶	الف- بخارات آلی
۶	الف - ۱ - الکل ها
۶	اتانول
۱۰	اتیل الکل
۱۵	اتیلن گلیکول مونو متیل اتر
۱۹	الکل چوب
۲۴	آیل الکل
۲۹	آنول
۳۳	ایزو بوتیل الکل
۳۸	ایزو بوتیل کرینول
۴۳	ایزو آمیل الکل
۴۸	ایزو پروپیل الکل
۵۲	ایزو پروپیل کرینول
۵۶	ایزو پنتیل الکل
۶۱	۲- پروپانول
۶۵	۲- پروپنول
۶۹	جوہر چوب
۷۴	سیکلو ہگز انول
۷۸	فور فوریل الکل
۸۲	۲- فوریل کرینول

۸۶	۲- فوریل متانول
۹۰	کربینول
۹۵	متانول
۱۰۰	۲- متوکسی اتانول
۱۰۴	۲- متیل ۱- پروپانول
۱۰۸	متیل الکل
۱۱۳	متیل سلوسلو
۱۱۷	متیل سیکلو هگزانول
۱۲۱	۳- متیل ۱- بوتانول
۱۲۶	نفت چوب
۱۳۱	وینیل کربینول
۱۳۵	هگزالین
۱۳۹	هگزاهیدرو کرزول
۱۴۳	هگزاهیدرو متیل فنول
۱۴۷	هیدرالین
۱۵۱	هیدروکسی سیکلو هگزان
۱۵۵	۲- (هیدروکسی متیل) فوران
۱۵۹	الف - ۲ - آلدهیڈھا
۱۵۹	اقانال
۱۶۵	اتیل آلدهیڈ
۱۷۱	استالدهیڈ
۱۷۶	استیک آلدهیڈ
۱۸۲	استیل آلدهیڈ
۱۸۸	n-والرالدهیڈ
۱۹۴	آمیل آلدهیڈ

۲۰۰	بوتیل فرمال
۲۰۶	پروپالدهید
۲۱۲	پروپانال
۲۱۷	پروپیل آلدهید
۲۲۳	پروپیلک آلدهید
۲۲۸	پروپیونالدهید
۲۳۴	پنتانال
۲۳۹	فرمالدهید
۲۴۴	فرمالین
۲۴۹	۲-فوران کربوکسالدهید
۲۵۴	۲-فور آلدهید
۲۵۹	فورفورال
۲۶۴	متانال
۲۶۹	متیل استالدهید
۲۷۵	متیلن اکساید
۲۸۱	والرال
۲۸۶	والرالدهید
۲۹۲	والریک آلدهید
۲۹۸	الف - ۳- آمین ها
۲۹۸	n- اتیل اتانامین
۳۰۳	ارتو- تولوئیدین
۳۰۸	آمینوبنزن
۳۱۳	۲- آمینوتولوئن
۳۱۸	آنیلین
۳۲۳	بنز آمین



۳۲۸	n-n-دی اتامین
۳۳۳	دی اتیل آمین
۳۳۸	دی آمید
۳۴۲	دی آمین
۳۴۶	دی متیل آمین
۳۵۱	دی متیل آمینو بنزن
۳۵۶	۲،۴-دی متیل آنیلین
۳۶۱	۲،۴-زایلیدین
۳۶۶	فنیل آمین
۳۷۱	n-متیل متانامین
۳۷۶	هیدرازین

#### جلد دوم

۳۸۱	الف-۴-اترها
۳۸۱	آلیل گلیسیدیل اتر
۳۸۶	پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر استات
۳۹۰	پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر
۳۹۴	دی اتیلن اتر
۳۹۸	۱، ۴-دی اتیلن دی اکسید
۴۰۲	دی اُکسان
۴۰۷	دی پروپیلن گلیکول مونومتیل اتر
۴۱۱	۲-متوکسی-۱-متیل اتانول
۴۱۵	۱-متوکسی-۲-پروپانول
۴۱۹	۱-متوکسی-۲-پروپیل استات
۴۲۳	الف-۵-استرها
۴۲۳	اتنیل استات

۴۲۷	۲- اتوکسی اتیل استات
۴۳۱	اتیل آکریلات
۴۳۵	اتیلن اتانوات
۴۳۹	۱- استوکسی اتیلن
۴۴۳	استیک اسید اتیل استر
۴۴۷	استیک اسید اتیلن گلیکول مونو اتیل اتر
۴۵۱	استیک اسید ایزوبوتیل استر
۴۵۵	استیک اسید وینیل استر
۴۵۹	استیک اسید-۱- پنتانول استر
۴۶۳	استیک اسید-۴- متیل-۲- پنتانول استر
۴۶۷	ایزوبوتیل استات
۴۷۱	n- آمیل استات
۴۷۵	۲- پروپنویک اسید اتیل استر
۴۷۹	۱،۳- دی متیل بوتیل استات
۴۸۳	سلوسلو استات
۴۸۷	متیل ایزو آمیل استات
۴۹۱	وینیل اتانوات
۴۹۵	وینیل استات
۴۹۹	sec- هگزیل استات
۵۰۳	الف - ۶ - هیدروکربن ها
۵۰۳	الف-۶-۱- هیدروکربن های آروماتیک
۵۰۳	اتیل بنزن
۵۰۷	ارتو- کرزول
۵۱۱	استایرن
۵۱۵	اورتو-زایلن

۵۱۹	ایزوپروپیل بنزن
۵۲۳	بنزن
۵۲۷	بنزن (قوانت مستقیم)
۵۳۱	بنزول
۵۳۵	پارا-زایلن
۵۳۹	تترا-هیدروبنزن
۵۴۳	تولوئن
۵۴۷	n-دکان
۵۵۱	دی متیل بنزن
۵۵۵	سیکلوهگزاترین
۵۵۹	سیکلوهگزان
۵۶۳	فنول
۵۶۷	کربولیک اسید
۵۷۱	کومن
۵۷۵	متا-زایلن
۵۷۹	متیل بنزن
۵۸۳	۲-متیل فنول
۵۸۷	وینیل بنزن
۵۹۱	هگزاهیدروبنزن
۵۹۵	هیدروکسی بنزن
۵۹۹	الف - ۶ - ۲ - هیدروکربن های هالوژنه
۵۹۹	اتیلن دی کلراید
۶۰۳	اورتو-دی کلروبنزن
۶۰۷	برموفرم
۶۱۱	بنزن کلرومتیل

۶۱۵	بنزیل کلراید
۶۱۹	پارا-دی کلرو بنزن
۶۲۳	تتراکلراید کربن
۶۲۷	تتراکلرومتان
۶۳۱	تری برمومتان
۶۳۵	تری کلرومتان
۶۳۹	۱،۲-دی کلرو اتان
۶۴۳	۱-۴-دی کلرو بنزن
۶۴۷	۱،۲-دی کلرو بنزن
۶۵۱	دی کلرومتان
۶۵۶	فنیل کلراید
۶۶۰	کلرواتیلن
۶۶۵	کلرو بنزن
۶۶۹	α-کلروتولوئن
۶۷۳	کلروفرم
۶۷۷	متیلن دی کلراید
۶۸۲	متیلن کلراید
۶۸۶	وینیل کلراید

#### جلد سوم

۶۹۲	الف - ۷ - کتون ها
۶۹۲	اتیل آمیل کتون
۶۹۶	اتیل بوتیل کتون
۷۰۰	استون
۷۰۴	ایزوپروپیل استون
۷۰۸	۲-پروپانون

۷۱۲	سیکلو هگزانون
۷۱۶	سیکلو هگزایل کتون
۷۲۰	کامفور
۷۲۴	متیل ان-بوتیل کتون
۷۲۸	متیل ایزوبوتیل کتون
۷۳۲	۴-متیل-۲-پنتانون
۷۳۶	۳-متیل-۳-هپتانون
۷۴۰	۳-هپتانون
۷۴۴	۲-هگزانون
۷۴۸	هگزون
۷۵۲	الف - ۸ - سیانایدها
۷۵۲	استونیتریل
۷۵۶	آکریلونیتریل
۷۶۱	۲-پروپن نیتریل
۷۶۶	سیانومتان
۷۷۱	متیل سیاناید
۷۷۵	وینیل سیاناید
۷۸۰	الف - ۹ - مرکاپتان ها
۷۸۰	اتان اتیول
۷۸۵	اتیول سولفیدرات
۷۹۰	اتیول مرکاپتان
۷۹۵	متان اتیول
۸۰۰	متیل سولفیدرات
۸۰۵	متیل مرکاپتان
۸۱۰	مرکاپتوانان

۸۱۵	مرکاپتومتان
۸۲۰	الف - ۱۰ - ترکیبات نیتروآروماتیک
۸۲۰	ارتومتیل نیتروبنزن
۸۲۴	ارتو-نیتروتولوئن
۸۲۸	۴-کلرو نیتروبنزن
۸۳۲	۱-کلرو-۴-نیتروبنزن
۸۳۶	۲-متیل نیتروبنزن
۸۴۰	نیتروبنزن
۸۴۴	نیتروبنزول
۸۴۸	۲-نیتروتولوئن
۸۵۲	۴-نیتروکلروبنزن
۸۵۶	الف - ۱۱ - نیتروزامین ها
۸۵۶	دی متیل نیتروزامین
۸۶۰	n-متیل-n-نیتروزومتانامین
۸۶۴	n-نیتروزوپیرولیدین
۸۶۸	۱-نیتروزوپینولیدین
۸۷۲	n-نیتروزودی متیل آمین
۸۷۶	۴-نیتروزومورفولین
۸۸۰	n-نیتروزومورفولین
۸۸۴	الف - ۱۲ - نفتا ها
۸۸۴	الکل معدنی
۸۸۸	بنزین
۸۹۲	قطران ذغال سنگ
۸۹۶	نفت چراغ
۹۰۰	نفت خام

۹۰۴	نفت سفید
۹۰۸	الف - ۱۳ - سایر بخارات آلی
۹۰۸	اسیدفرمیک
۹۱۳	آزابنزن
۹۱۷	آزین
۹۲۱	پیریدین
۹۲۵	تتراهیدروفوران
۹۲۹	دی اتیلن اکساید
۹۳۳	دی تیو کربنیک انیدرید
۹۳۹	کربن دی سولفید
۹۴۴	متانوئیک اسید
۹۴۹	هیدروژن کربوکسیلیک اسید

#### جلد چهارم

۹۵۵	ب - آئرسول های آلی
۹۵۵	ب - ۱ - هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای
۹۵۵	اسفتن
۹۶۲	اورتو-بی فنیلن متان
۹۶۹	ایدریل
۹۷۶	آنتراسین
۹۸۳	بنز[a]آنتراسین
۹۹۰	بنز[e]اسفنانتریلین
۹۹۷	۱،۲-بنزآنتراسین
۱۰۰۴	بنزو[ghi]پیریلین
۱۰۱۱	بنزو[e]پیرین
۱۰۱۸	بنزو[a]پیرین

۱۰۲۵	بنزو [b] فلورانتین
۱۰۳۲	بنزو [zk] فلوئورین
۱۰۳۹	بنزو [a] فناترین
۱۰۴۶	۶،۷-بنزو پیرن
۱۰۵۳	۵،۴-بنزو پیرن
۱۰۶۰	۳،۴-بنزو پیرن
۱۰۶۷	۱،۱۲-بنزو پیرلین
۱۰۷۴	۱،۲-بنزو پیرن
۱۰۸۱	۳،۴-بنزو فلوئورانتین
۱۰۸۸	بنزو [def] فناترین
۱۰۹۵	۱،۲-بنزو فناترین
۱۱۰۲	بنزو [b] فناترین
۱۱۰۹	پیرین
۱۱۱۶	تترافین
۱۱۲۳	فلوئورانتین
۱۱۳۰	فلوئورین
۱۱۳۷	فن آنترین
۱۱۴۴	کریسین
۱۱۵۱	نفتالین
۱۱۵۸	نفتن
۱۱۶۵	ب-۲ - ایزوسیانات ها
۱۱۶۵	تولون-۲،۴-دی ایزوسیانات
۱۱۷۰	دی فنیل متان-۴،۴-دی ایزوسیانات
۱۱۷۵	متیلن بیس فنیل ایزوسیانات
۱۱۸۰	۴و۴-متیلن دی فنیل ایزوسیانات



۱۱۸۵	هگزامتیل دی ایزوسیانات
۱۱۹۰	ب - ۳ - گلیگول ها
۱۱۹۰	۱،۲- اتان دی ال
۱۱۹۴	اتیلن گلیکول
۱۱۹۸	۱،۲- پروپان دی ال
۱۲۰۲	پروپیلن گلیکول
۱۲۰۶	تری اتیلن گلیکول
۱۲۱۰	ب - ۴ - حشره کش ها
۱۲۱۰	۲، ۴-D، ۲- اتیل هگزیل استر
۱۲۱۷	آرتازین
۱۲۲۴	آلاکلور
۱۲۳۱	سیانازین
۱۲۳۸	سیمازین
۱۲۴۵	متولاکلور
۱۲۵۲	ب - ۵ - آفت کش ها
۱۲۵۲	ب - ۵ - ۱ - آفت کش های ارگانونیتروژنه
۱۲۵۲	اُکسامیل
۱۲۵۹	آلدیکرب
۱۲۶۶	بنومیل
۱۲۷۳	پروپوکسور
۱۲۸۰	پروفام
۱۲۸۷	تیوبن کرب
۱۲۹۴	دیورون
۱۳۰۱	فورمتانات
۱۳۰۸	کاپتان

۱۳۱۵	کارباریل
۱۳۲۲	کاربندازیم
۱۳۲۹	کریوفوران
۱۳۳۶	کلر پروفام
۱۳۴۳	متومیل
۱۳۵۰	متیو کرب

جلد پنجم

۱۳۵۸	ب - ۵ - ۲ - آفت کش های ارگانوفسفره
۱۳۵۸	اتوپروپ
۱۳۶۵	اتیل پاراتیون
۱۳۷۲	اتیون
۱۳۷۹	اسپکتراسید
۱۳۸۶	آزودرین
۱۳۹۳	آزینفوز متیل
۱۴۰۰	بیدرین
۱۴۰۷	پاراتیون
۱۴۱۴	پروفوس
۱۴۲۱	تیمت
۱۴۲۸	دورسبان
۱۴۳۵	دی سیستون
۱۴۴۲	دیازینون
۱۴۴۹	دیسولفوتون
۱۴۵۶	دیفونات
۱۴۶۳	دیگروتوفوز
۱۴۷۰	سیتیون

۱۴۷۷	فُرَات
۱۴۸۴	فُسدِرین
۱۴۹۱	فنامیفوس
۱۴۹۸	فونوفوس
۱۵۰۵	کلرپیرفوز
۱۵۱۲	گوتیون
۱۵۱۹	مالاتیون
۱۵۲۶	مانیتور
۱۵۳۳	متامیدوفوس
۱۵۴۰	متیل پاراتیون
۱۵۴۷	مونو کروتوفوس
۱۵۵۴	مِوینفوس
۱۵۶۱	نِماکور
۱۵۶۸	ب - ۶ - سایر آئروسول های آلی
۱۵۶۸	آزلائیک اسید
۱۵۷۲	بنزیدین
۱۵۷۶	پارا-دی آمینودی فنیل
۱۵۸۰	دوده استیلنی
۱۵۸۳	دوده چراغ
۱۵۸۶	دوده کوره
۱۵۸۹	دوده
۱۵۹۲	۳,۳-دی کلروبنزیدین
۱۵۹۶	کربن آمورف
۱۵۹۹	لپارگیلیک اسید
۱۶۰۳	۱,۷-هپتان دی کربوکسیلیک اسید

۱۶۰۷	ج - گازهای معدنی
۱۶۰۷	آرسنیک تری هیدرید
۱۶۱۲	آرسین
۱۶۱۷	آمونیاک
۱۶۲۲	برمین
۱۶۲۷	کربن دی اکسید
۱۶۳۰	دی اکسید گوگرد
۱۶۳۵	دی اکسید نیتروژن
۱۶۳۹	کربنیک اسید
۱۶۴۲	کربنیک اکسید
۱۶۴۴	کلرین
۱۶۴۹	کربن مونوکسید
۱۶۵۱	مونوکسید نیتروژن
۱۶۵۵	نیتریک اکساید
۱۶۵۹	هیدروژن آرسنید
۱۶۶۴	هیدروژن سولفید
۱۶۶۹	هیدروسولفوریک اسید
۱۶۷۴	د - آئروسول های معدنی
۱۶۷۴	د - ۱ - اسیدهای معدنی
۱۶۷۴	ارتوفسفریک اسید
۱۶۷۸	جوهر گوگرد
۱۶۸۲	سولفوریک اسید
۱۶۸۶	فسفریک اسید
۱۶۹۰	متافسفریک اسید
۱۶۹۴	نیتریک اسید

۱۶۹۸	هیدرو برمیک اسید
۱۷۰۲	هیدروژن برماید
۱۷۰۶	هیدروژن فلوراید
۱۷۱۰	هیدروژن کلراید
۱۷۱۴	هیدروفلوئوریک اسید
۱۷۱۸	هیدروکلریک اسید

### جلد ششم

۱۷۲۳	۵ - ۲ - عناصر
۱۷۲۳	آرسنیک
۱۷۲۷	استرانسیم
۱۷۳۱	آلومنیوم
۱۷۳۵	آنتیموان
۱۷۳۹	باریم
۱۷۴۳	بریلیوم
۱۷۴۷	تالیوم
۱۷۵۰	تلوریوم
۱۷۵۳	تیتانیوم
۱۷۵۶	روی
۱۷۵۹	سرب
۱۷۶۳	سلنیوم
۱۷۶۷	فسفر
۱۷۷۱	قلع
۱۷۷۴	کادمیوم
۱۷۷۸	کبالت
۱۷۸۲	کروم ۶ ظرفیتی

۱۷۸۸	کروم
۱۷۹۲	لانتانوم
۱۷۹۶	لیتیم
۱۸۰۰	مس
۱۸۰۴	منگنز
۱۸۰۸	منیزم
۱۸۱۲	مولیبدن
۱۸۱۶	نقره
۱۸۲۰	وانادیم
۱۸۲۳	۵ - ۳ - سایر آئروسول های معدنی
۱۸۲۳	اکسید کلسیم
۱۸۲۷	الیاف سرامیک نسوز
۱۸۳۴	آزبست
۱۸۴۱	آکتینولیت
۱۸۴۸	آموزیت
۱۸۵۵	آنتوفیلیت
۱۸۶۲	آهک خام
۱۸۶۶	آهک هیدراته
۱۸۷۰	بی کربنات کلسیم
۱۸۷۴	پروسیک اسید
۱۸۷۹	ترمولیت
۱۸۸۶	سرپنتین
۱۸۹۳	سنگ آهک
۱۸۹۷	سنگ مرمر
۱۹۰۱	سود سوز آور

۱۹۰۶	سیلیس کریستالی
۱۹۱۲	شیشه الیافی
۱۹۱۹	فورمونتریل
۱۹۲۴	کروزیدولیت
۱۹۳۱	کریزوتایل
۱۹۳۸	هیدروژن سیانید
۱۹۴۳	هیدروسیانیک اسید
۱۹۴۸	هیدروکسید سدیم
۱۹۵۳	هیدروکسید کلسیم
۱۹۵۷	۵ - نمونه کلی هوا
۱۹۵۷	گرد و غبار قابل استنشاق
۱۹۵۹	گرد و غبار کلی
۱۹۶۱	۴ - پیوست ها
۱۹۶۱	پیوست الف - الزامی
۱۹۸۱	پیوست ب - الزامی
۱۹۹۷	پیوست پ - الزامی
۲۰۰۹	پیوست ت - الزامی
۲۰۱۰	پیوست ث - الزامی
۲۰۱۱	پیوست ج - الزامی
۲۰۱۵	پیوست چ - اطلاعاتی
۲۰۱۷	مراجع

## پیشگفتار

یکی از برنامه های مرکز سلامت محیط و کار وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی تدوین و انتشار رهنمودهای مربوط به حوزه ها و زمینه های مختلف بهداشت محیط و حرفه ای و سایر موضوعات مرتبط است که با بهره گیری از توان علمی و تجربی همکاران متعددی از سراسر کشور، انجام شده است. در این راستا سعی شده است ضمن بهره گیری از آخرین دستاوردهای علمی، از تجربه کارشناسان و متخصصین حوزه ستادی مرکز سلامت محیط و کار نیز استفاده شود و در مواردی که در کشور قوانین، مقررات و دستورالعمل های مدونی وجود دارد در تدوین و انتشار این رهنمودها مورد استناد قرار گیرد. تمام تلاش کمیته های فنی مسئول تدوین رهنمودها این بوده است که محصولی فاخر و شایسته ارائه نمایند تا بتواند توسط همکاران در سراسر کشور و کاربران سایر سازمان ها و دستگاههای اجرائی و بعضاً عموم مردم قابل استفاده باشد ولی به هر حال ممکن است دارای نواقص و کاستی هایی باشد که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحب نظران ارجمند دعوت می شود با ارائه نظرات و پیشنهادات خود ما را در ارتقاء سطح علمی و نزدیکتر کردن هر چه بیشتر محتوای این رهنمودها به نیازهای روز جامعه یاری نمایند تا در ویراست های بعدی این رهنمودها بکار گرفته شود.

با توجه به دسترسی بیشتر کاربران این رهنمودها به اینترنت، تمام رهنمودهای تدوین شده بر روی تارگاہ های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدا)، معاونت بهداشتی، پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی تهران و مرکز سلامت محیط و کار قرار خواهد گرفت و تنها نسخ بسیار محدودی از آنها به چاپ خواهد رسید تا علاوه بر صرفه جویی، طیف گسترده ای از کاربران به آن دسترسی مداوم داشته باشند.

اکنون که با یاری خداوند متعال در آستانه سی و چهارمین سال پیروزی انقلاب شکوهمند اسلامی این رهنمودها آماده انتشار می گردد، لازم است از زحمات کلیه دست اندرکاران تدوین و انتشار این رهنمودها صمیمانه تشکر و قدردانی نمایم و پیشاپیش از کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود ما را در بهبود کیفیت این رهنمودها یاری خواهند نمود، صمیمانه سپاسگزاری نمایم.

**دکتر کاظم ندافی**

رئیس مرکز سلامت محیط و کار



## الف-۷- کتون ها

Ethyl amyl ketone	اتیل آمیل کتون
CAS: 541-85-5 RTECS: MJ7350000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$ ; $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$ وزن مولکولی: ۱۲۲/۲۲ اسامی مترادف: ۳-متیل-۳-هپتانون ویژگی ها: -
NIOSH: 25 ppm	ACGIH: 25 ppm OSHA: 25 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱- حلال: کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی) ۲- آنالیت (اتیل آمیل کتون)، خلوص گاز کروماتوگرافی ۳- نیتروژن؛ خالص ۴- هیدروژن؛ خشک ۵- هوا؛ تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.2 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

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

۵- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۶- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری

۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### 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 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  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

۴- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

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

۲-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.05$  تا  $5$  میلی گرم اتیل آمیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از اتیل آمیل کتون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از اتیل آمیل کتون)
- ۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بچ از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از اتیل آمیل کتون را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۳- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۱- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتیل آمیل کتون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۱۰۰°C تا ۲۰۰°C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵μL

- گاز حامل: نیتروژن  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

$3 \text{ mm}$  (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

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.

۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند  $10\% \text{ SP } 2100/0.1\% \text{ Carbowax } 1500 \text{ on Supelcoport } 100/120 \text{ m}$  ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۱- جرم بر حسب  $\text{mg}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) اتیل آمیل کتون 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.

۲- محاسبه غلظت ( $C$ ) اتیل آمیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

ethyl butyl ketone	ایتیل بوتیل کتون
CAS: 106-35-4	فرمول شیمیایی:
RTECS: MJ5250000	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ ; $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}$
	وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹
	اسامی مترادف: ۳-هپتانون
	ویژگی ها: -
NIOSH: 50 ppm	ACGIH: 50 ppm
	حدمجاز: OSHA: 50 ppm
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۶- حلال: کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی)
	۷- آنالیت (ایتیل بوتیل کتون)، خلوص گاز کروماتوگرافی
	۸- نیتروژن؛ خالص
	۹- هیدروژن؛ خشک
	۱۰- هوا؛ تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از

<p>۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p> <p>۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0.2 - 0.02</math> L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۱۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۱۱- ویال شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۱۲- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).</p> <p>۱۳- پیست؛ ۱ میلی لیتری</p> <p>۱۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۶- 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.</p> <p>۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0.2 - 0.01</math> L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.</p> <p>۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۵- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۵ میلی گرم اتیل بوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p>

- مقدار مشخصی از اتیل بوتیل کتون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از اتیل بوتیل کتون)
- ۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بیج از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از اتیل بوتیل کتون را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۶- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۳- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتیل بوتیل کتون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۰.۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۱۰۰°C تا ۲۰۰°C در ۱۰ °c/min
- حجم تزریق: ۵μL

- گاز حامل: نیتروژن  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

$3 \text{ mm}$  ۳mm (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

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.

۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند  $10\% \text{ SP } 2100/0.1\% \text{ Carbowax } 1500 \text{ on Supelcoport } 100/120 \text{ m}$  یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۳- جرم بر حسب  $\text{mg}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) اتیل بوتیل کتون 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.

۴- محاسبه غلظت (C) اتیل بوتیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



Acetone	استون
CAS: 67-64-1 RTECS: AL3150000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۵۸/۰۸ اسامی مترادف: ۲-پروپانول ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۲۶۶ mmHg (۳۵/۵ kPa)؛ نقطه جوش $56^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته ۰/۷۹۱g/mL؛ آفت کش گروه III
NIOSH: 250 ppm; ACGIH: 750 ppm, 1000 ppm STEL; OSHA: 750 ppm, 1000 ppm STEL	حدمجاز:
	<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
	<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۱۱- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۱۲- آنالیت (استون) ۱۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۱۴- هیدروژن؛ خشک ۱۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک
	<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۱۸- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۲۰- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۲۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۱۰- 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.

۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1$  L/min برای عبور حجم هوای ۰/۵ تا ۳ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۸- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۹- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم استون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از استون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم

۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از استون)
- ۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از استون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۹- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۵- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): استون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵ μL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند 10% SP-2100 یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) استون 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.

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

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

isopropyl acetone	ایزوپروپیل استون
<p>CAS: 108-10-1</p> <p>RTECS: SA9275000</p> <p>اسامی مترادف: MIBK؛ متیل ایزوبوتیل کتون؛ هگزون؛ ۴-متیل-۲-پنتانول</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش °C ۱۱۷؛ دانسیته ۰/۸g/mL</p>	<p>فرمول شیمیایی:</p> <p><math>(CH_3)_2CHCH_2COCH_3</math></p> <p>وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶</p>
<p>NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = °C ۳۰-). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۶- کربن دی سولفید (<math>CS_2</math>)؛ خلوص گاز کروماتوگرافی</p> <p>۱۷- آنالیت (ایزوپروپیل استون)</p> <p>۱۸- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده</p> <p>۱۹- هیدروژن؛ خشک</p> <p>۲۰- هوا؛ تصفیه شده، خشک</p>	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۲۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در  $600^{\circ}\text{C}$  (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۲۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۲۵- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۲۶- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۲۷- پیپت؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۲۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

**نمونه برداری:**

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

۱۴- 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.

۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

۱۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و

فوم را دور بیندازید.

۱۱- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندازید.

۱۲- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم ایزوپروپیل

استون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ایزوپروپیل استون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی

سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ایزوپروپیل استون)

۱۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده

در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه

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

- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ایزوپروپیل استون یا محلول استاندارد

آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.

- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های

کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).

۱۲- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی

کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

۷- 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.

<p>- آنالیت(ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱</p> <p>- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C در ۱۰ °C/min</p> <p>- حجم تزریق: ۵ μL</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min</p> <p>- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی</p> <p>۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)</p> <p>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.</p> <p>۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b></p> <p>مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ایزوپروپیل استون موجود در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۸- محاسبه غلظت (C) ایزوپروپیل استون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \times 10^3, mg/m^3$



2-Propanone	۲-پروپانون
CAS: 67-64-1 RTECS: AL3150000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۵۸/۰۸ اسامی مترادف: استون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۲۶۶ mmHg (۳۵/۵ kPa)؛ نقطه جوش $56^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته ۰/۷۹۱g/mL؛ آفت کش گروه III
NIOSH: 250 ppm; ACGIH: 750 ppm, 1000 ppm STEL; OSHA: 750 ppm, 1000 ppm STEL	حدمجاز:
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۲۱- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۲۲- آنالیت (۲-پروپانون) ۲۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۲۴- هیدروژن؛ خشک ۲۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
وسایل و تجهیزات لازم: ۲۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۳۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۳۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۳۲- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۳۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۳۴- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۳۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۱۸- 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.

۱۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۰/۵ تا ۳ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۱۴- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۱۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.2$  تا  $1.0$  میلی گرم ۲- پروپانون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ۲- پروپانول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۲- پروپانول)
- ۱۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ۲- پروپانول یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۱۵- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۹- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۲- پروپانول
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۵۰°C تا ۱۷۰°C در ۱۰ °c/min
- حجم تزریق: ۵µL

- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۱۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۲- پروپانون موجود در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر W<sub>b</sub> > W<sub>f</sub>/10، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۱۰- محاسبه غلظت (C) ۲- پروپانون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Cyclohexanone	سیکلوهگزانون
108-94-1 :CAS GW1050000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $C_6H_{10}O$ وزن مولکولی: ۹۸/۱۵ اسامی مترادف: سیکلوهگزایل کتون
ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار $2 \text{ mmHg}$ ( $0.3 \text{ kPa}$ )؛ نقطه جوش $155^\circ \text{C}$ ؛ دانسیته $0.947 \text{ g/mL}$ ؛ آفت کش گروه III	
حدمجاز: NIOSH:25 ppm (skin); ACGIH: 25 ppm (skin); OSHA: 25 ppm(skin)	
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال $= 30^\circ \text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۲۶- کربن دی سولفید ( $CS_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۲۷- آنالیت (سیکلوهگزانون) ۲۸- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۲۹- هیدروژن؛ خشک ۳۰- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
وسایل و تجهیزات لازم: ۳۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول $7 \text{ cm}$ ، قطر خارجی $6 \text{ mm}$ و قطر داخلی $4 \text{ mm}$ ؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ \text{C}$ (قسمت جلویی: $100 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $50 \text{ mg}$ ) که توسط یک لایه $2$ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه $3$ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی $1 \text{ L/min}$ نباید از $3/4 \text{ kPa}$ ( $5/7 \text{ mmHg}$ ) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

<p>۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0.2 - 0.1 L/min</math>، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۳۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۳۹- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۴۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).</p> <p>۴۱- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb</p> <p>۴۲- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۲۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۲۲- 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.</p> <p>۲۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0.2 - 0.1 L/min</math> برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۲۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۱۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۱۷- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۱۸- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۱۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم سیکلوهگزانون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <p>- مقدار مشخصی از سیکلوهگزانون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید</p>

به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از سیکلو هگزانون)
- ۱۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از سیکلو هگزانون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۱۸- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سیکلو هگزانون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۵۰°C تا ۱۷۰°C در ۱۰ °c/min
- حجم تزریق: ۵µL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

6 mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۱۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) سیکلوهگزانون 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.

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

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



Cyclohexyl ketone	سیکلوهگزیل کتون
108-94-1: CAS GW1050000: RTECS	فرمول شیمیایی: $C_6H_{10}O$ وزن مولکولی: ۹۸/۱۵ اسامی مترادف: سیکلوهگزانون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۲ mmHg (۰/۳ kPa)؛ نقطه جوش $155^{\circ}C$ ؛ دانسیته ۰/۹۴۷g/mL؛ آفت کش گروه III
<b>حدمجاز:</b> NIOSH: 25 ppm (skin); ACGIH: 25 ppm (skin); OSHA: 25 ppm (skin)	
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال $30^{\circ}C$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۳۱- کربن دی سولفید ( $CS_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۳۲- آنالیت (سیکلوهگزیل کتون) ۳۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۳۴- هیدروژن؛ خشک ۳۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۴۳- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^{\circ}C$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

<p>۴۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0.2 - 0.1 \text{ L/min}</math>، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۴۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۴۶- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۴۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی <math>0.1</math> میکرولیتری).</p> <p>۴۸- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb</p> <p>۴۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۲۶- 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.</p> <p>۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0.2 - 0.1 \text{ L/min}</math> برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۲۸- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۱۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۲۰- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۲۱- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۱۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی <math>0.2</math> تا ۱۰ میلی گرم سیکلوهاگزیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <p>- مقدار مشخصی از سیکلوهاگزیل کتون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p>

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از سیکلو هگزیل کتون)
- ۲۰- راندامان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از سیکلو هگزیل کتون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۲۱- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندامان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۱۳- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سیکلو هگزیل کتون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵ μL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۱۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۱۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) سیکلوهگزیل کتون 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.

۱۴- محاسبه غلظت (C) سیکلوهگزیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

camphor	کامفور
76-22-2: CAS EX1225000: RTECS	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{16}O$ وزن مولکولی: ۱۵۲/۲۴ اسامی مترادف: - ویژگی ها: -
NIOSH: 2 ppm	ACGIH: 2 ppm, 3ppm STEL OSHA: 2 ppm
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $30^{\circ}C$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۳۶- حلال: کربن دی سولفید ( $CS_2$ )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی) ۳۷- آنالیت (کامفور)، خلوص گاز کروماتوگرافی ۳۸- نیتروژن؛ خالص ۳۹- هیدروژن؛ خشک ۴۰- هوا؛ تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۵۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^{\circ}C$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

<p>۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0.2 - 0.02</math> L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۵۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۵۳- ویال شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۵۴- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).</p> <p>۵۵- پیپت ۱ میلی لیتری</p> <p>۵۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۲۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۳۰- 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.</p> <p>۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0.2 - 0.1</math> L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.</p> <p>۳۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۲۲- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۲۳- <math>1 \text{ mL}</math> کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۲۴- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۲۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۰/۵ میلی گرم کامفور را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <p>- مقدار مشخصی از کامفور را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم</p>

۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از کامفور)
- ۲۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بچ از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از کامفور را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۲۴- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۵- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): کامفور
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۰.۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۱۰۰°C تا ۲۰۰°C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵ μL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

۳ mm (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

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

۱۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گر ها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند

ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد. یا

10% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120

#### محاسبات:

۱۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) کامفور 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.

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

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



methyl n-butyl ketone	متیل ان-بوتیل کتون
CAS: 591-78-6 RTECS: MP1400000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶ اسامی مترادف: ۲-هگزانون ؛ MBK ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۳ mmHg (۰/۴ kPa)؛ نقطه جوش °C ۱۲۷؛ دانسیته III ؛ ۰/۸۱۲g/mL
NIOSH: 1 ppm;	ACGIH: 5 ppm; OSHA: 100 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = °C -۳۰). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۴۱- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۴۲- آنالیت (متیل ان-بوتیل کتون) ۴۳- نیتروژن؛ خالص ۴۴- هیدروژن؛ خشک ۴۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۵۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در °C ۶۰۰ (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۵۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۵۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۶۰- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۱- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۶۲- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۶۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۳۴- 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.

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

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

#### آماده سازی:

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

۲۶- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۲۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.2$  تا  $1.0$  میلی گرم متیل ان-بوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از متیل ان-بوتیل کتون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از متیل ان-بوتیل کتون)
- ۲۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از متیل ان-بوتیل کتون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۲۷- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۷- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۵۰°C تا ۱۷۰°C در ۱۰ °C/min

<p>- حجم تزریق: ۵μL</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min</p> <p>- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی ۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)</p> <p>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.</p> <p>۱۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b></p> <p>مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۱۷- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) متیل ان-بوتیل کتون موجود در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۱۸- محاسبه غلظت (C) متیل ان-بوتیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \times 10^3, mg/m^3$

Methyl isobutyl ketone	متیل ایزوبوتیل کتون
108-10-1: CAS SA9275000: RTECS	فرمول شیمیایی: $(CH_3)_2CHCH_2COCH_3$ وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
اسامی مترادف: MIBK؛ هگزون؛ ایزوپروپیل استون؛ ۴-متیل-۲-پنتانون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش $^{\circ}C$ ۱۱۷؛ دانسیته ۰/۸g/mL	
حد مجاز: NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL; ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL; OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL	
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال $^{\circ}C$ ۳۰-). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۴۶- کربن دی سولفید ( $CS_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۴۷- آنالیت (متیل ایزوبوتیل کتون) ۴۸- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۴۹- هیدروژن؛ خشک ۵۰- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
وسایل و تجهیزات لازم: ۶۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $^{\circ}C$ ۶۰۰ (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۶۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۶۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۶۷- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۶۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۶۹- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۷۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۳۸- 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.

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

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

#### آماده سازی:

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

۲۹- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۳۰- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.2$  تا  $1.0$  میلی گرم متیل ایزوبوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از متیل ایزوبوتیل کتون را در بالن ژوژه ی  $1.0$  میلی لیتری با کربن دی

سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از متیل ایزوبوتیل کتون)
- ۲۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از متیل ایزوبوتیل کتون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۳۰- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۹- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۵۰°C تا ۱۷۰°C در ۱۰°C/min
- حجم تزریق: ۵μL

- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۲۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۱۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) متیل ایزوبوتیل کتون موجود در بخش جلویی (W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) 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.

۲۰- محاسبه غلظت (C) متیل ایزوبوتیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



4-methyl-2-pentanone	۴-متیل-۲-پنتانون
<p>CAS: 108-10-1</p> <p>RTECS: SA9275000</p> <p>اسامی مترادف: MIBK؛ متیل ایزوبوتیل کتون؛ ایزوپروپیل استون؛ هگزون</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش °C ۱۱۷؛ دانسیته ۰/۸g/mL</p>	<p>فرمول شیمیایی:</p> <p><math>(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3</math></p> <p>وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶</p>
<p>NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = °C ۳۰-). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۵۱- کربن دی سولفید (<math>\text{CS}_2</math>)؛ خلوص گاز کروماتوگرافی</p> <p>۵۲- آنالیت (۴-متیل-۲-پنتانون)</p> <p>۵۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده</p> <p>۵۴- هیدروژن؛ خشک</p> <p>۵۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۷۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در °C ۶۰۰ (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از</p>	

<p>۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p> <p>۷۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0/2 - 0/1</math> L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۷۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۷۴- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۷۵- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).</p> <p>۷۶- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb</p> <p>۷۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۴۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۴۲- 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.</p> <p>۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0/2 - 0/1</math> L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۴۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۳۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۳۲- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۳۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۳۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی <math>0/2</math> تا ۱۰ میلی گرم ۴-متیل-۲-پنتانول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <p>- مقدار مشخصی از ۴-متیل-۲-پنتانول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی</p>

سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۴-متیل-۲-پنتانول)
- ۳۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ۴-متیل-۲-پنتانول یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۳۳- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۲۱- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵ μL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

۶ mm (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۲۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۲۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۴-متیل-۲-پنتانول 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.

۲۲- محاسبه غلظت (C) ۴-متیل-۲-پنتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

5-Methyl-3-heptanone	۳-متیل-۳-هپتانون
CAS: 541-85-5 RTECS: MJ7350000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{COCH}_2\text{CH}(\text{CH}_3)\text{CH}_2\text{CH}_3$ ; $\text{C}_8\text{H}_{16}\text{O}$ وزن مولکولی: ۱۲۲/۲۲ اسامی مترادف: اتیل آمیل کتون ویژگی ها: -
NIOSH: 25 ppm	ACGIH: 25 ppm OSHA: 25 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۵۶- حلال: کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی) ۵۷- آنالیت (۳-متیل-۳-هپتانون)، خلوص گاز کروماتوگرافی ۵۸- نیتروژن؛ خالص ۵۹- هیدروژن؛ خشک ۶۰- هوا؛ تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۷۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

۷۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۸۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

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

۸۲- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۸۳- پیپت ۱ میلی لیتری

۸۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۴۶- 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.

۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

۴۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

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

۳۵- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۵ میلی گرم ۳-متیل-۳-هپتانول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ۳-متیل-۳-هپتانول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با

کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۳-متیل-۳-هپتانون)
- ۳۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بچ از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ۳-متیل-۳-هپتانون را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۳۶- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۲۳- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۳-متیل-۳-هپتانون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۰.۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۱۰۰°C تا ۲۰۰°C در ۱۰ °C/min
- حجم تزریق: ۵μL

- گاز حامل: نیتروژن  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

$3 \text{ mm}$  (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

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.

۲۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند

یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

10% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120

#### محاسبات:

۲۳- جرم بر حسب  $\text{mg}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۳-متیل-۳-هپتانول 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.

۲۴- محاسبه غلظت (C) ۳-متیل-۳-هپتانول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب

لیتر:

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



3-heptanone	۳-هپتانون
106-35-4 :CAS	فرمول شیمیایی:
MJ5250000 :RTECS	$\text{CH}_3\text{CH}_2\text{CO}(\text{CH}_2)_3\text{CH}_3$ ; $\text{C}_7\text{H}_{14}\text{O}$
	وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹
	اسامی مترادف: ایل بوتیل کتون
	ویژگی ها: -
NIOSH:50 ppm	ACGIH: 50 ppm
	حدمجاز: OSHA: 50 ppm
	احتیاطات ویژه:
	کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $30^\circ\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۶۱- حلال: کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی)
	۶۲- آنالیت (۳-هپتانون)، خلوص گاز کروماتوگرافی
	۶۳- نیتروژن؛ خالص
	۶۴- هیدروژن؛ خشک
	۶۵- هوا؛ تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۸۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $600^\circ\text{C}$ (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 ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از

۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۸۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.02$  L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۸۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

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

۸۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).

۹۰- پیست ؛ ۱ میلی لیتری

۹۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۵۰- 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.

۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.01$  L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

۵۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

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

۳۸-  $1$  mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.05$  تا  $5$  میلی گرم  $3$ -هپتانون را در هر

- نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از ۳-هپتانون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۳-هپتانون)
  - ۳۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر بیج از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
  - بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ۳-هپتانون را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
  - درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
  - محلول فوق را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - ۳۹- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۲۵- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۳-هپتانون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید به همراه ۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۱۰۰°C تا ۲۰۰°C در ۱۰ °c/min

- حجم تزریق: ۵μL

- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

۳ mm (10% FFAP on 80/100 Chromosorb W-AW)

نکته: اگر سطح پیک بالتر 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.

۲۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند

یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

m 10% SP-2100/0.1% Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120

#### محاسبات:

۲۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۳-هپتانون موجود در بخش جلویی

(W<sub>f</sub>) و عقبی (W<sub>b</sub>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (B<sub>f</sub>) و عقبی (B<sub>b</sub>) 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.

۲۶- محاسبه غلظت (C) ۳-هپتانون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

2-hexanone	۲-هگزانون
CAS: 591-78-6 RTECS: MP1400000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶ اسامی مترادف: متیل ان-بوتیل کتون؛ MBK ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۳ mmHg (۰/۴ kPa)؛ نقطه جوش $^{\circ}\text{C}$ ۱۲۷؛ دانسیته III ؛ ۰/۸۱۲g/mL
NIOSH: 1 ppm;	ACGIH: 5 ppm; OSHA: 100 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = $^{\circ}\text{C}$ ۳۰-). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۶۶- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۶۷- آنالیت (۲-هگزانون) ۶۸- نیتروژن؛ خالص ۶۹- هیدروژن؛ خشک ۷۰- هوا؛ تصفیه شده، خشک	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۹۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در $^{\circ}\text{C}$ ۶۰۰ (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

۹۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۹۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۹۵- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۹۶- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $0.1$  میکرولیتری).

۹۷- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۹۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۵۴- 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.

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

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

### آماده سازی:

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

۴۱-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۲- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.2$  تا  $10$  میلی گرم  $2$ -هگزانون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از  $2$ -هگزانون را در بالن ژوژه ی  $10$  میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم  $10$  میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۲-هگزانون)
- ۴۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از ۲-هگزانون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۴۲- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۲۷- 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.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
  - دمای تزریق: ۲۵۰°C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
  - دمای ستون: ۵۰°C تا ۱۷۰°C در ۱۰ °c/min
  - حجم تزریق: ۵μL
  - گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min
  - ستون: شیشه ای، با قطر داخلی ۶ mm
- (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۲۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۲۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۲-هگزانون 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.

۲۸- محاسبه غلظت (C) ۲-هگزانون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



hexone	هگزون
<p>CAS: 108-10-1</p> <p>RTECS:</p> <p>SA9275000</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>(CH_3)_2CHCH_2COCH_3</math></p> <p>وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶</p>
<p>اسامی مترادف: MIBK؛ متیل ایزوبوتیل کتون؛ ایزوپروپیل استون؛ ۴-متیل-۲-پنتانون</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش <math>117^{\circ}C</math>؛ دانسیته ۰/۸ g/mL</p>	<p>اسامی مترادف: MIBK؛ متیل ایزوبوتیل کتون؛ ایزوپروپیل استون؛ ۴-متیل-۲-پنتانون</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش <math>117^{\circ}C</math>؛ دانسیته ۰/۸ g/mL</p>
<p>NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL;</p> <p>OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال <math>= 30^{\circ}C</math>). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.</p>	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال <math>= 30^{\circ}C</math>). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.</p>
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۷۱- کربن دی سولفید (<math>CS_2</math>)؛ خلوص گاز کروماتوگرافی</p> <p>۷۲- آنالیت (هگزون)</p> <p>۷۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده</p> <p>۷۴- هیدروژن؛ خشک</p> <p>۷۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک</p>	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۷۱- کربن دی سولفید (<math>CS_2</math>)؛ خلوص گاز کروماتوگرافی</p> <p>۷۲- آنالیت (هگزون)</p> <p>۷۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده</p> <p>۷۴- هیدروژن؛ خشک</p> <p>۷۵- هوا؛ تصفیه شده، خشک</p>
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در <math>600^{\circ}C</math> (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>	<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در <math>600^{\circ}C</math> (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>

<p>۱۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0/2 - 0/1</math> L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.</p> <p>۱۰۱- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.</p> <p>۱۰۲- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۱۰۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی <math>0/1</math> میکرولیتری).</p> <p>۱۰۴- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb</p> <p>۱۰۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۵۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۵۸- 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.</p> <p>۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0/2 - 0/1</math> L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۶۰- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۴۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۴۴- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۴۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۴۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی <math>0/2</math> تا ۱۰ میلی گرم هگزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <p>- مقدار مشخصی از هگزن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.</p>

- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از هگزون)
- ۴۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقبی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از هگزون یا محلول استاندارد آن در کربن دی سولفید را مستقیماً به بخش جلویی جاذب تزریق کنید.
- درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مرحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۴۵- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۲۹- 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.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C در ۱۰ °C/min
  - حجم تزریق: ۵ μL
  - گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min
  - ستون: شیشه ای، با قطر داخلی ۶ mm
- (10% SP2100 0.1% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP)

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.

۳۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می توان از سایر ستون ها مانند SP-2100 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۲۹- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) هگزون 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.

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

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

## الف-۸-سیانایدها

استونیتریل	Acetonitrile
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CN}$	CAS: 75-05-8
وزن مولکولی: ۴۱/۰۶	RTECS: AL7700000
اسامی مترادف: متیل سیاناید؛ سیانو متان؛ ACN	
ویژگی ها: مایع؛ دانسیته $0.783 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار ۴/۴-۱۶ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار ۱۲ Kpa (۸۹ mmHg) در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $82^\circ\text{C}$	
حدمجاز:	NIOSH: 40 ppm ACGIH: 20 ppm OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL
(1 ppm = 1.68 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)	
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
استونیتریل سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول سمیت و قابل اشتعال متوسطی دارد. با این ترکیبات فقط در زیر هود کار کنید و از لوازم حفاظت فردی مناسب استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b>	
۲۶۰- استونیتریل، خلوص آزمایشگاهی (۹۹/۹٪)	
۲۶۱- متیلن کلراید، خلوص HPLC	
۲۶۲- متانول، خلوص HPLC	
۲۶۳- هلیوم؛ خالص	
۲۶۴- هیدروژن؛ خالص	
۲۶۵- هوا؛ خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	
۱۲۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۶ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید (قسمت جلویی: ۴۰۰ mg، قسمت عقبی: ۲۰۰ mg) که	

توسط یک لایه ۳ 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 محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC # 226-09)، Supelco ORBO-32 یا انواع مشابه).

۱۲۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۲۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین Stabilwax

۱۲۳- شیشه های نمونه (ویال) ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۴- سرنگ ۱۰ میکرولیتر تا ۱ میلی لیتر

۱۲۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۶- پیست، در اندازه های مختلف

۱۲۷- بسته های یخ

### نمونه برداری:

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

۶۴۲- 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.

۶۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱-۲۵ لیتر انجام دهید.

۶۴۴- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. لوله ها را به همراه بسته های یخ (نمونه ها باید سرد نگه داشته شوند) به آزمایشگاه منتقل کنید.

### آماده سازی:

۵۲- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های ۴ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوی بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد و فوم اورتان

دور انداخته شود.

- ۰/۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵ را به هر دو ویال اضافه کرده و سرپوش ویال را بگذارید.
- ویال ها را به مدت ۴۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- ۱ mL از محتوی هر کدام از ویال ها را در ویال های Autosampler ریخته و تجزیه کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری)

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۵۲- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $1 \mu\text{L ACN} = 78.3 \mu\text{g}$ ) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم استونیتریل)
- ۵۳- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مصرفی در گستره کالیبراسیون تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.
- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله زغال فعال تزریق کنید.
- چند دقیقه صبر کنید تا تعادل برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها و شاهدها را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم استونیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۵۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس 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 نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): استونیتریل
- جداساز: ۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵: ۸۵)
- دمای تزریق: ۲۵۰°C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
- دمای ستون: ۴۵°C برای ۴ دقیقه؛ ۱۲°C/min تا ۱۵۰°C
- گاز حامل: هلیوم؛ ۲/۴ mL/min
- ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ crossbonded PEG ، Stabilwax یا انواع مشابه

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵: ۸۵) رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۵۸- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گر ها:

نمونه های حاوی بیش از ۱۵٪ متانول یا دیگر الکل ها می توانند مداخله گر باشند.

### محاسبات:

۳۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) استونیتریل 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.

۳۶- محاسبه غلظت (C) استونیتریل 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:  $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$



acrylonitrile	آکریلونیتریل
<p>CAS: 107-13-1</p> <p>RTECS: AT5250000</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>\text{CH}_2=\text{CHCN}</math></p> <p>وزن مولکولی: ۵۳/۰۶</p> <p>اسامی مترادف: ۲-پروپن نیتریل؛ وینیل سیاناید؛ AN</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ دانسیته <math>0.806 \text{ g/mL}</math> در <math>20^\circ\text{C}</math>؛ حد انفجار ۳-۱۷ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار ۱۱ Kpa (<math>83 \text{ mmHg}</math>) در <math>20^\circ\text{C}</math>؛ نقطه جوش <math>77/2^\circ\text{C}</math></p>
<p>NIOSH: 2 ppm; C 10 ppm (skin)</p> <p>ACGIH: carcinogen; 1 ppm; C 10 ppm/15 min; Group I Pesticide (skin)</p> <p>OSHA: carcinogen; 2 ppm (skin)</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (<math>30^\circ\text{C}</math> = 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.</p>
	<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۶۶- کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۲۶۷- استون، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۲۶۸- هگزان، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۲۶۹- حلال: ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V)</p> <p>۲۷۰- آکریلونیتریل، پایدار شده؛ در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است.</p> <p>۲۷۱- آکریلونیتریل؛ به تازگی تقطیر شده</p> <p>۲۷۲- محلول کالیبراسیون مادر، <math>42 \text{ g/mL}</math>؛ ۵۰ میکرولیتر از آکریلونیتریل تازه تقطیر شده را به ۱۰ mL هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت ۱ هفته در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> پایدار است.</p> <p>۲۷۳- هلیوم؛ خالص</p> <p>۲۷۴- هیدروژن؛ خالص</p> <p>۲۷۵- هوا؛ تصفیه شده</p>

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۲۸- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در  $600^{\circ}\text{C}$  (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 محتوی 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.

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

۱۳۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۱- دستگاه میکرو-تقطیر برای تقطیر آکریلونیتریل در خلا

۱۳۲- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۴- سرنگ های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری.

۱۳۵- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

**نمونه برداری:**

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

۶۴۶- 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.

۶۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۳/۵ - ۲۰ لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

۵۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

۵۴- ۰/۱ mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: استاندارد داخلی، برای مثال (V/V) ۰/۱٪ بنزن یا n- هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.

۵۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه بگذارید بماند و گاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۴- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی ۱ تا ۱۰۰۰ میکروگرم آکریلونیتریل به ازای هر نمونه بسازید.

- 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.

۵۵- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.

- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

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

- لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید.
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم آکریلونیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۶- سه نمونه شاهد و سه نمونه spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۳۵۹- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آکریلونیتریل
- جداساز: ۱ mL حلال (۲٪ استن در کربن دی سولفید)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۰۰°C
- دمای ستون: ۸۵°C
- گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن
- ستون: فولاد ضد زنگ
- 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.
- نکته: در این شرایط زمان ماند آکریلونیتریل برابر ۸/۵ دقیقه است.
- ۳۶۰- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها:

- مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی دیگری که می توان استفاده کرد ستون موئین سیلیکای ذوب شده است.

**محاسبات:**

۳۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) آکریلونیتریل 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.

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

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

2-propenenitrile	۲-پروپن نیتریل
CAS: 107-13-1 RTECS: AT5250000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2=\text{CHCN}$ وزن مولکولی: ۵۳/۰۶
اسامی مترادف: آکریلونیتریل؛ وینیل سیاناید؛ AN ویژگی ها: مایع؛ دانسیته $0.806 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار ۳-۱۷ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار $11 \text{ Kpa}$ ( $83 \text{ mmHg}$ ) در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $77/2^\circ\text{C}$	
<b>حدمجاز:</b> NIOSH: 2 ppm; C 10 ppm (skin) ACGIH: carcinogen; 1 ppm; C 10 ppm/15 min; Group I Pesticide (skin) OSHA: carcinogen; 2 ppm (skin)	
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد ( $30^\circ\text{C}$ = نقطه اشتعال)، ۲- پروپن نیتریل قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۲۷۶- کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی ۲۷۷- استون، خلوص کروماتوگرافی ۲۷۸- هگزان، خلوص کروماتوگرافی ۲۷۹- حلال: ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V) ۲۸۰- ۲-پروپن نیتریل، پایدار شده؛ در دمای $4^\circ\text{C}$ حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است. ۲۸۱- ۲-پروپن نیتریل؛ به تازگی تقطیر شده ۲۸۲- محلول کالیبراسیون مادر، $42 \text{ g/mL}$ ؛ $50$ میکرولیتر از ۲-پروپن نیتریل تازه تقطیر شده را به $10 \text{ mL}$ هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت ۱ هفته در دمای $4^\circ\text{C}$ پایدار است. ۲۸۳- هلیوم؛ خالص ۲۸۴- هیدروژن؛ خالص ۲۸۵- هوا؛ تصفیه شده	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۳۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در  $600^{\circ}\text{C}$  (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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  نباید از  $3/4\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 - 0/1\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۳۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۹- دستگاه میکرو-تقطیر برای تقطیر ۲- پروپن نیتریل در خلا

۱۴۰- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۴۲- سرنگ های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری.

۱۴۳- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

**نمونه برداری:**

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

۶۵۰- 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.

۶۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2 - 0/1\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای  $20 - 3/5$  لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

۵۶- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.

۵۷- ۰/۱ mL حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: استاندارد داخلی، برای مثال (V/V) ۰/۱٪ بنزن یا n-هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.

۵۸- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه بگذارید بماند و گاهگاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۷- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی ۱ تا ۱۰۰۰ میکروگرم ۲-پروپن نیتریل به ازای هر نمونه بسازید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال

(۲٪ استن کرین 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 ۲-پروپن نیتریل)

نکته: مساحت زیر پیک محلول های استاندارد را با استاندارد مرجع ۰/۱ mg/mL

که از ۲-پروپن نیتریل 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.

۵۸- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از زغال فعال که در نمونه برداری

استفاده می شود تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار

آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.

- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً

به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.



- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید.
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم ۲- پروپن نیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۵۹- سه نمونه شاهد و سه نمونه spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۳۶۱- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۲- پروپن نیتریل
- جداساز: ۱ mL حلال (۲٪ استن در کربن دی سولفید)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۰۰°C
- دمای ستون: ۸۵°C
- گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن
- ستون: فولاد ضد زنگ
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- نکته: در این شرایط زمان ماند ۲- پروپن نیتریل برابر ۸/۵ دقیقه است.
- ۳۶۲- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها:

مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی دیگری که می توان استفاده کرد ستون موئین سیلیکای ذوب شده است.

**محاسبات:**

۳۹- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۲-پروپن نیتریل 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.

۴۰- محاسبه غلظت (C) ۲-پروپن نیتریل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

سیانومتان	cyanomethane
<p>CAS: 75-05-8</p> <p>RTECS: AL7700000</p> <p>اسامی مترادف: متیل سیاناید؛ استونیتریل؛ ACN</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ دانسیته ۰/۷۸۳ g/mL در ۲۰°C؛ حد انفجار ۴/۴-۱۶ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار ۱۲ Kpa (۸۹ mmHg) در ۲۰°C؛ نقطه جوش ۸۲°C</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH<sub>3</sub>CN</p> <p>وزن مولکولی: ۴۱/۰۶</p>
<p>NIOSH: 40 ppm</p> <p>OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL</p>	<p>ACGIH: 20 ppm</p> <p>حدمجاز:</p> <p>(1 ppm = 1.68 mg/m<sup>3</sup> @ NTP)</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>سیانومتان سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول سمیت و قابل اشتعال متوسطی دارد. با این ترکیبات فقط در زیر هود کار کنید و از لوازم حفاظت فردی مناسب استفاده کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۲۸۶- سیانومتان، خلوص آزمایشگاهی (۹۹/۹٪)</p> <p>۲۸۷- متیلن کلراید، خلوص HPLC</p> <p>۲۸۸- متانول، خلوص HPLC</p> <p>۲۸۹- هلیوم؛ خالص</p> <p>۲۹۰- هیدروژن؛ خالص</p> <p>۲۹۱- هوا؛ خالص و تصفیه شده</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۴۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۶ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید (قسمت جلویی: ۴۰۰ mg، قسمت عقبی: ۲۰۰ mg) که توسط یک لایه ۳ میلی متری فوم پلی اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه</p>	

مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC # 226-09)، Supelco ORBO-32 یا انواع مشابه).

۱۴۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۴۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین Stabilwax

۱۴۷- شیشه های نمونه (ویال) ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۴۸- سرنگ ۱۰ میکرولیتر تا ۱ میلی لیتر

۱۴۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۵۰- پیست، در اندازه های مختلف

۱۵۱- بسته های یخ

### نمونه برداری:

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

۶۵۴- 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.

۶۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱- ۲۵ لیتر انجام دهید.

۶۵۶- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. لوله ها را به همراه بسته های یخ (نمونه ها باید سرد نگه داشته شوند) به آزمایشگاه منتقل کنید.

**آماده سازی:**

- ۵۹- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های ۴ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوی بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد و فوم اورتان دور انداخته شود.
- ۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵ را به هر دو ویال اضافه کرده و سرپوش ویال را بگذارید.
  - ویال ها را به مدت ۴۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
  - ۱ mL از محتوی هر کدام از ویال ها را در ویال های Autosampler ریخته و تجزیه کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری)

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۶۰- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $1 \mu\text{L ACN} = 78.3 \mu\text{g}$ ) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم سیانومتان)
- ۶۱- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مصرفی در گستره کالیبراسیون تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.
- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار جدا کرده و دور بیندازید.
  - مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله زغال فعال تزریق کنید.
  - چند دقیقه صبر کنید تا تعادل برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- نمونه ها و شاهد ها را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکرو گرم سیانومتان بازیافت شده ترسیم کنید.

#### اندازه گیری:

- ۳۶۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس 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 نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سیانومتان
- جداساز: ۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵)
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۴۵ °C برای ۴ دقیقه؛ ۱۲ °C/min تا ۱۵۰ °C
- گاز حامل: هلیوم؛ ۲/۴ mL/min
- ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ crossbonded PEG ، Stabilwax یا انواع مشابه
- 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 ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۳۶۴- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گر ها:

نمونه های حاوی بیش از ۱۵٪ متانول یا دیگر الکل ها می توانند مداخله گر باشند.

#### محاسبات:

- ۴۱- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) سیانومتان 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.

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

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

NOTE:  $\mu g/L = mg/m^3$

متیل سیاناید	methyl cyanide
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CN}$	CAS: 75-05-8
وزن مولکولی: ۴۱/۰۶	RTECS: AL7700000
اسامی مترادف: استونیتریل؛ سیانو متان؛ ACN	
ویژگی ها: مایع؛ دانسیته $0.783 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار $4/4 - 16$ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار $12 \text{ Kpa}$ ( $89 \text{ mmHg}$ ) در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $82^\circ\text{C}$	
حدمجاز:	NIOSH: 40 ppm      ACGIH: 20 ppm OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL
	(1 ppm = 1.68 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
متیل سیاناید سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متانول سمیت و قابل اشتعال متوسطی دارد. با این ترکیبات فقط در زیر هود کار کنید و از لوازم حفاظت فردی مناسب استفاده کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b>	
۲۹۲- متیل سیاناید، خلوص آزمایشگاهی (۹۹/۹٪)	
۲۹۳- متیلن کلراید، خلوص HPLC	
۲۹۴- متانول، خلوص HPLC	
۲۹۵- هلیوم؛ خالص	
۲۹۶- هیدروژن؛ خالص	
۲۹۷- هوا؛ خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	
۱۵۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۱۰ cm و قطر داخلی ۶ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید (قسمت جلویی: ۴۰۰ mg، قسمت عقبی: ۲۰۰ mg) که توسط یک لایه ۳ 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 محتوی لوله قرار گرفته است. لوله ها در بازار موجود می باشند (SKC # 226-09)، Supelco ORBO-32 یا انواع مشابه).

۱۵۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۵۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین Stabilwax

۱۵۵- شیشه های نمونه (ویال) ۴ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۵۶- سرنگ ۱۰ میکرولیتر تا ۱ میلی لیتر

۱۵۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۵۸- پیست، در اندازه های مختلف

۱۵۹- بسته های یخ

#### نمونه برداری:

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

۶۵۸- 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.

۶۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱- ۲۵ لیتر انجام دهید.

۶۶۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. لوله ها را به همراه بسته های یخ (نمونه ها باید سرد نگه داشته شوند) به آزمایشگاه منتقل کنید.

#### آماده سازی:

۶۰- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های ۴ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوی بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد و فوم اورتان دور انداخته شود.

- ۰/۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت ۱۵:۸۵ را به هر دو ویال اضافه کرده و سرپوش ویال را بگذارید.
- ویال ها را به مدت ۴۵ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
- ۱ mL از محتوی هر کدام از ویال ها را در ویال های Autosampler ریخته و تجزیه کنید (طبق مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری)

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۲- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $1 \mu\text{L ACN} = 78.3 \mu\text{g}$ ) را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (طبق مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم متیل سیاناید)
- ۶۳- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال مصرفی در گستره کالیبراسیون تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.
- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله زغال فعال تزریق کنید.
- چند دقیقه صبر کنید تا تعادل برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه ها و شاهدها را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید (طبق مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری).
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم متیل سیاناید بازیافت شده ترسیم کنید.

**اندازه گیری:**

۳۶۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس 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 نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیل سیاناید
  - جداساز: ۲ mL محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵)
  - دمای تزریق: ۲۵۰°C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰°C
  - دمای ستون: ۴۵°C برای ۴ دقیقه؛ ۱۲°C/min تا ۱۵۰°C
  - گاز حامل: هلیوم؛ ۲/۴ mL/min
  - ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ crossbonded PEG ، Stabilwax یا انواع مشابه
- 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 بک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۳۶۶- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:**

نمونه های حاوی بیش از ۱۵٪ متانول یا دیگر الکل ها می توانند مداخله گر باشند.

**محاسبات:**

۴۳- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) متیل سیاناید 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.

۴۴- محاسبه غلظت (C) متیل سیاناید 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:  $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

vinyl cyanide	وینیل سیاناید
<p>CAS: 107-13-1 RTECS: AT5250000</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>\text{CH}_2=\text{CHCN}</math> وزن مولکولی: ۵۳/۰۶</p> <p>اسامی مترادف: ۲-پروپن نیتریل؛ آکریلونیتریل؛ AN</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ دانسیته <math>0.806 \text{ g/mL}</math> در <math>20^\circ\text{C}</math>؛ حد انفجار ۳-۱۷ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار <math>11 \text{ Kpa}</math> (<math>83 \text{ mmHg}</math>) در <math>20^\circ\text{C}</math>؛ نقطه جوش <math>77/2^\circ\text{C}</math></p>
<p>حدمجاز: NIOSH: 2 ppm; C 10 ppm (skin) ACGIH: carcinogen; 1 ppm; C 10 ppm/15 min; Group I Pesticide (skin) OSHA: carcinogen; 2 ppm (skin)</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (<math>30^\circ\text{C}</math> = نقطه اشتعال)، وینیل سیاناید قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفاً در زیر هود کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۲۹۸- کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی ۲۹۹- استون، خلوص کروماتوگرافی ۳۰۰- هگزان، خلوص کروماتوگرافی ۳۰۱- حلال: ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V) ۳۰۲- وینیل سیاناید، پایدار شده؛ در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است. ۳۰۳- وینیل سیاناید؛ به تازگی تقطیر شده ۳۰۴- محلول کالیبراسیون مادر، <math>42 \text{ g/mL}</math>؛ ۵۰ میکرولیتر از وینیل سیاناید تازه تقطیر شده را به ۱۰ mL هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت ۱ هفته در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> پایدار است. ۳۰۵- هلیوم؛ خالص ۳۰۶- هیدروژن؛ خالص ۳۰۷- هوا؛ تصفیه شده</p>	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۶۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتباهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در  $600^{\circ}\text{C}$  (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 محتوی 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.

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

۱۶۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۶۳- دستگاه میکرو-تقطیر برای تقطیر وینیل سیاناید در خلا

۱۶۴- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۶۵- بالن ژورنه ۱۰ میلی لیتری

۱۶۶- سرنگ های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری.

۱۶۷- پیپت ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

**نمونه برداری:**

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

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

۶۶۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۱ برای عبور حجم هوای ۳/۵ - ۲۰ لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

- ۶۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.
- ۶۲-  $0.1 \text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.  
نکته: استاندارد داخلی، برای مثال  $(V/V) 0.1\%$  بنزن یا  $n$ - هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.
- ۶۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه بگذاری بماند و گاهگاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۶۴- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره ی ۱ تا ۱۰۰۰ میکروگرم وینیل سیاناید به ازای هر نمونه بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (۲٪ استن کرین 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 وینیل سیاناید)  
نکته: مساحت زیر پیک محلول های استاندارد را با استاندارد مرجع  $0.1 \text{ mg/mL}$  که از وینیل سیاناید 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.
- ۶۵- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بیچ از زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید. در هر یک از پنج سطح تراکم انتخابی سه لوله نمونه بردار آماده کرده و همچنین سه نمونه شاهد آماده کنید.
- محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و تجزیه کنید.
- نموداری از راندمان واجذب در برابر میکرو گرم وینیل سیاناید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶۶- سه نمونه شاهد و سه نمونه spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۳۶۷- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): وینیل سیاناید
- جداساز: ۱ mL حلال (۲٪ استن در کربن دی سولفید)
- دمای تزریق: ۲۰۰°C
- دمای آشکارساز: ۲۰۰°C
- دمای ستون: ۸۵°C
- گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن
- ستون: فولاد ضد زنگ
- نکته: اگر سطح پیک بالتر 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.
- نکته: در این شرایط زمان ماند وینیل سیاناید برابر ۸/۵ دقیقه است.
- ۳۶۸- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها:

- مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی دیگری که می توان استفاده کرد ستون موئین سیلیکای ذوب شده است.

**محاسبات:**

۴۵- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) وینیل سیاناید 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.

۴۶- محاسبه غلظت ( $C$ ) وینیل سیاناید در حجم هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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



## الف-۹- مرکاپتان

ethanethiol	اتان اتیول
CAS: 75-08-1	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}$
RTECS: KI9625000	وزن مولکولی: ۶۲/۱۳
اسامی مترادف: اتیل مرکاپتان؛ مرکاپتواتان؛ اتیل سولفیدرات	
ویژگی ها: نقطه جوش $35^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $442\text{ mmHg}$ ( $58/9\text{ kPa}$ )؛ دانسیته $\text{g/mL}$ ۰/۸۳۹ در $20^\circ\text{C}$	
OSHA: 10 ppm C	NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm
احتیاطات ویژه:	
اتان اتیول را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. اتان اتیول شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۷۴۰- اتان اتیول، ۹۹٪+	
۷۴۱- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS	
۷۴۲- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS	
۷۴۳- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS	
۷۴۴- محلول استوک کالیبراسیون اتان اتیول، $2/52\text{ mg/mL}$ ؛ $30$ میلی لیتر اتان اتیول را در بالن ژوژه $10$ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.	
۷۴۵- هیدروژن، خالص	
۷۴۶- هلیوم، خالص	
۷۴۷- هوا، تصفیه شده و فشرده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۰۸۶- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است.	
برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر $37$ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا	

انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۰.۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۰۸۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۰۸۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۰۸۹- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۹۰- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۰۹۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۰۹۲- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۰۹۳- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۶۶- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۶۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۶۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

**آماده سازی:**

۴۱۵- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.

۴۱۶- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۱۷- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۳۹۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم اتان اتیول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون اتان اتیول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتان اتیول) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  غلظت) را در کالیبراسیون به کار برد.

۳۹۶- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی ۰/۲ L/min نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳- ۱- آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم اتان اتیول ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۶۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتان اتیول

- جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی

کلرواتان

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)

- گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)

- زمان ماند اتان اتیول: ۳/۲ دقیقه

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1

۳۷۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند

ایجاد تداخل کنند.

### محاسبات:

۲۶۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  اتان اتیول موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه

کنید.

۲۶۹- محاسبه غلظت (C) اتان اتیول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

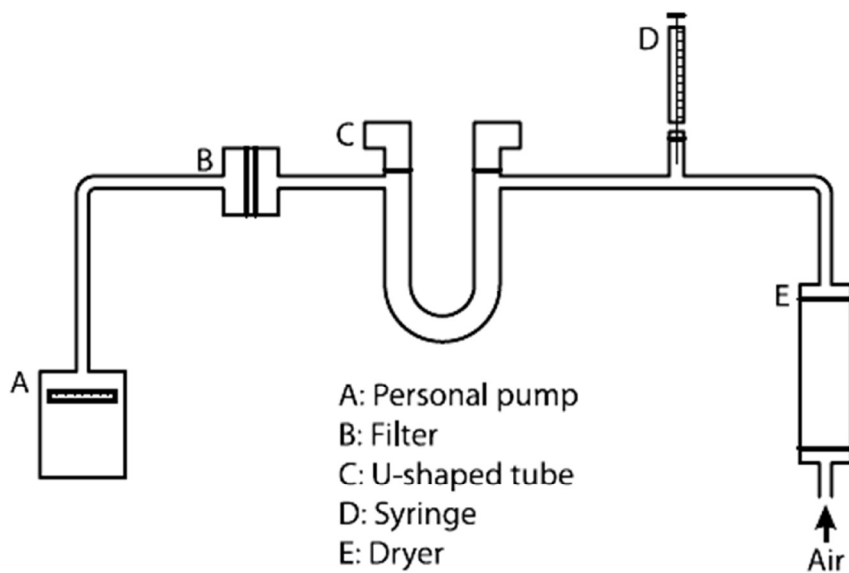


Figure 1. Sample spiking and collection system.

ethyl sulfhydrate	اتیل سولفیدرات
75-08-1 :CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}$
KI9625000 : RTECS	وزن مولکولی: ۶۲/۱۳
	اسامی مترادف: اتان اتیول؛ مرکاپتواتان؛ اتیل مرکاپتان
	ویژگی ها: نقطه جوش $35^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته $0.839\text{g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
OSHA: 10 ppm C	NIOSH: 0.5 ppm/15 min C
	حدمجاز: ACGIH: 0.5 ppm
	احتیاطات ویژه:
	اتیل سولفیدرات را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. اتیل سولفیدرات شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۷۴۸- اتیل سولفیدرات، ۹۹٪+
	۷۴۹- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
	۷۵۰- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
	۷۵۱- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
	۷۵۲- محلول استوک کالیبراسیون اتیل سولفیدرات، $2/52\text{ mg/mL}$ ؛ $30$ میلی لیتر اتیل سولفیدرات را در بالن ژوژه $10$ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.
	۷۵۳- هیدروژن، خالص
	۷۵۴- هلیوم، خالص
	۷۵۵- هوا، تصفیه شده و فشرده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۱۰۹۴- نمونه بردار: فیلتر فایبرگلاس که توسط استات جیوه القاح شده است.
	برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر $37$ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه

شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۰۹۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۰۹۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۰۹۷- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۰۹۸- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۰۹۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۰۰- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۰۱- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۷۰- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۷۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۷۲- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

### آماده سازی:

۴۱۸- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در

دهانه قیف جداکننده قرار دهید.

۴۱۹- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۲۰- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۹۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم اتیل سولفیدرات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون اتیل سولفیدرات را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتیل سولفیدرات) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) را در کالیبراسیون به کار برد.

۳۹۸- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی  $0.2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳- ۱ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم اتیل سولفیدرات ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۷۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و



سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتیل سولفیدرات
  - جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)
  - گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند اتیل سولفیدرات: ۳/۲ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۷۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

- ۲۷۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  اتیل سولفیدرات موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
- ۲۷۱- محاسبه غلظت (C) اتیل سولفیدرات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

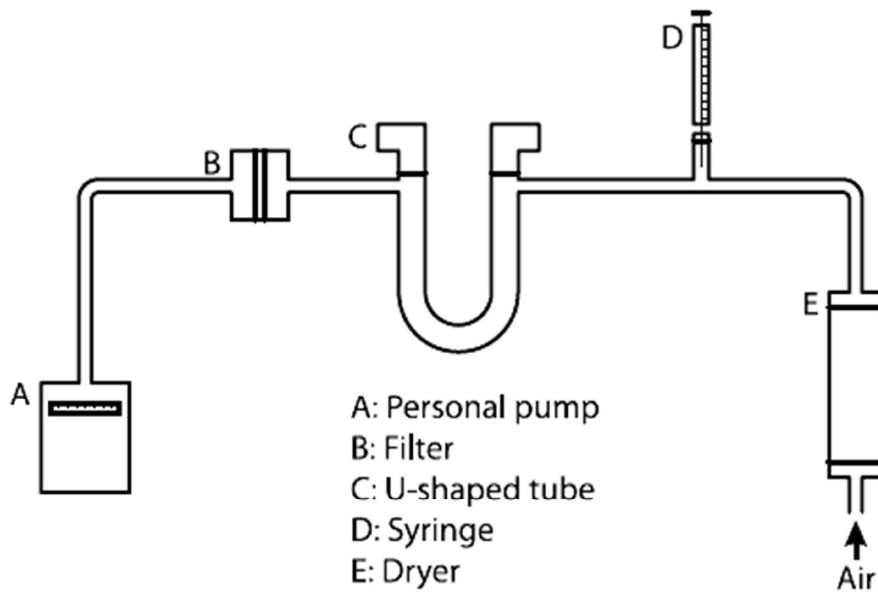


Figure 1. Sample spiking and collection system.

Ethyl mercaptan	اتیل مرکاپتان
CAS: 75-08-1 RTECS: KI9625000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}$ وزن مولکولی: ۶۲/۱۳ اسامی مترادف: اتان اتیول؛ مرکاپتواتان؛ اتیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش $35^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته $0.839\text{g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
OSHA: 10 ppm C	NIOSH: 0.5 ppm/15 min C حدمجاز: ACGIH: 0.5 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> اتیل مرکاپتان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. اتیل مرکاپتان شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۷۵۶- اتیل مرکاپتان، ۹۹٪ ۷۵۷- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۵۸- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۵۹- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۶۰- محلول استوک کالیبراسیون اتیل مرکاپتان، $2/52\text{ mg/mL}$ ؛ ۳۰ میلی لیتر اتیل مرکاپتان را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید. ۷۶۱- هیدروژن، خالص ۷۶۲- هلیوم، خالص ۷۶۳- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۰۲- نمونه بردار: فیلتر فایبرگلاس که توسط استات جیوه القاح شده است. برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه	

شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۰۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۰۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۰۵- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۰۶- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۰۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۰۸- بیست شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۰۹- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۷۴- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۷۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۷۶- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

### آماده سازی:

۴۲۱- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۲،۱-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در

دهانه قیف جداکننده قرار دهید.

۴۲۲- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۲۳- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۹۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم اتیل مرکاپتان را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون اتیل مرکاپتان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتیل مرکاپتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  غلظت) را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۰۰- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی  $0.2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳- ۱- آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم اتیل مرکاپتان ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۷۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): اتیل مرکاپتان
  - جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)
  - گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند اتیل مرکاپتان: ۳/۲ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۷۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۲۷۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  اتیل مرکاپتان موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۲۷۳- محاسبه غلظت (C) اتیل مرکاپتان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

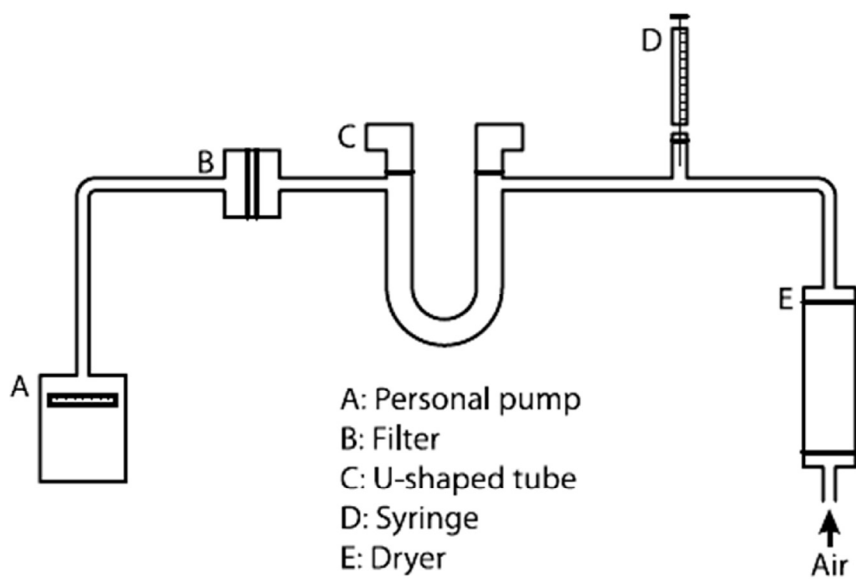


Figure 1. Sample spiking and collection system.

methanethiol	متان اتیول
CAS: 64-93-1 RTECS: PB4375000	<b>فرمول شیمیایی:</b> CH <sub>3</sub> SH <b>وزن مولکولی:</b> ۴۸/۱۱ <b>اسامی مترادف:</b> متیل مرکاپتان؛ مرکاپتومتان؛ متیل سولفیدرات <b>ویژگی ها:</b> نقطه جوش °C ۶/۲؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C
<b>OSHA:</b> 10 ppm C	<b>حد مجاز:</b> NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> متان اتیول را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متان اتیول شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۷۶۴- گاز متان اتیول، ۵/۹۹/۵+ ۷۶۵- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۶۶- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۶۷- ۱،۲- دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۶۸- محلول استوک کالیبراسیون متان اتیول، ۰/۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و درپوش پیچ دار آن را ببندید. ۱ میلی لیتر گاز متان اتیول خالص (در شرایط °C ۲۵ و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید. ۷۶۹- هیدروژن، خالص ۷۷۰- هلیوم، خالص ۷۷۱- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۱۰- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است. برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا	



انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۱۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۱۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۱۳- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۱۴- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۱۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۱۶- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۱۷- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۷۸- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۷۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۸۰- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

**آماده سازی:**

۴۲۴- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزیند و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.

۴۲۵- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۲۶- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۰۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم متان اتیول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون متان اتیول را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متان اتیول) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  غلظت) را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۰۲- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی  $0.2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳- ۱- آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم متان اتیول ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

- ۳۷۵- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متان اتیول
- جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
- دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $30^{\circ}\text{C}$  (۲ دقیقه)،  $200^{\circ}\text{C}$  ( $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )
- گاز حامل: هلیوم ( $1\text{ mL}/\text{min}$ ) و نیتروژن (جیرانی)
- زمان ماند متان اتیول:  $2/4$  دقیقه
- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۷۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

### محاسبات:

۲۷۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  متان اتیول موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۲۷۵- محاسبه غلظت (C) متان اتیول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

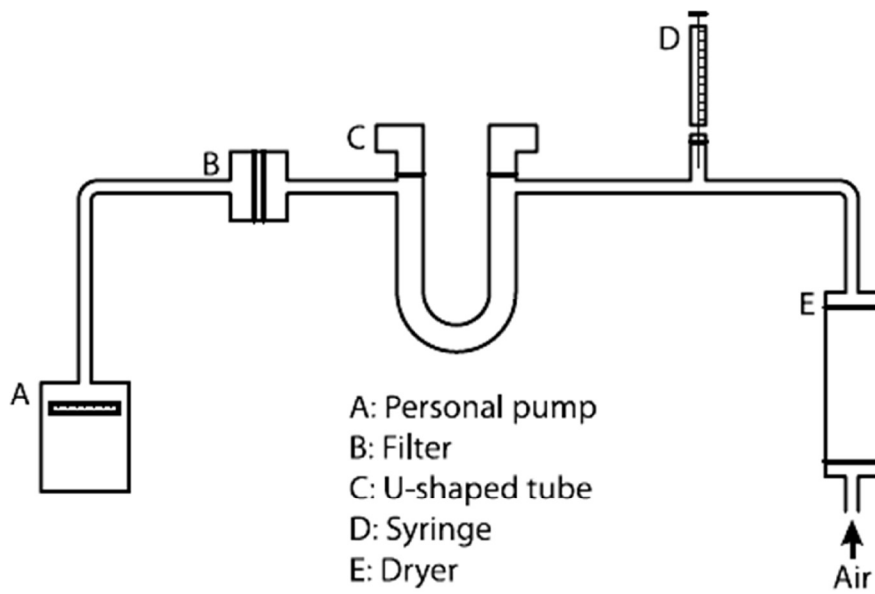


Figure 1. Sample spiking and collection system.

methyl sulfhydrate	متیل سولفیدرات
<p>CAS: 64-93-1</p> <p>RTECS: PB4375000</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH<sub>3</sub>SH</p> <p>وزن مولکولی: ۴۸/۱۱</p> <p>اسامی مترادف: متان اتیول؛ مرکاپتومتان؛ متیل مرکاپتان</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۶/۲؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در °C ۲۰</p>
<p>OSHA: 10 ppm C</p>	<p>حد مجاز: NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>متیل سولفیدرات را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متیل سولفیدرات شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۷۷۲- گاز متیل سولفیدرات، ۹۹/۵٪+</p> <p>۷۷۳- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۷۴- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۷۵- ۱،۲- دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۷۶- محلول استوک کالیبراسیون متیل سولفیدرات، ۰/۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و درپوش پیچ دار آن را ببندید. ۱ میلی لیتر گاز متیل سولفیدرات خالص (در شرایط °C ۲۵ و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید.</p> <p>۷۷۷- هیدروژن، خالص</p> <p>۷۷۸- هلیوم، خالص</p> <p>۷۷۹- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۱۱۸- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط اسنات جیوه القاح شده است.

برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard یا انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکریلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) اسنات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۱۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۲۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۲۱- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۲۲- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۲۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۲۴- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۲۵- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

**نمونه برداری:**

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

۶۸۲- قبل از نمونه برداری سریعا درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۸۴- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور

نگه داری کنید.

### آماده سازی:

- ۴۲۷- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.
- ۴۲۸- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.
- ۴۲۹- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۰۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم متیل سولفیدرات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون متیل سولفیدرات را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متیل سولفیدرات) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  غلظت) را در کالیبراسیون به کار برد.
- ۴۰۴- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.
  - به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی ۰/۲ L/min نمونه برداری را انجام دهید.
  - نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.
  - نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳- ۱ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲

اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم متیل سولفیدرات ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۷۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیل سولفیدرات

- جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی

کلرواتان

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

- دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)

- گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)

- زمان ماند متیل سولفیدرات: ۲/۴ دقیقه

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1

۳۷۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند

ایجاد تداخل کنند.

### محاسبات:

۲۷۶- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  متیل سولفیدرات موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را

محاسبه کنید.

۲۷۷- محاسبه غلظت (C) متیل سولفیدرات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب

لیتر:

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



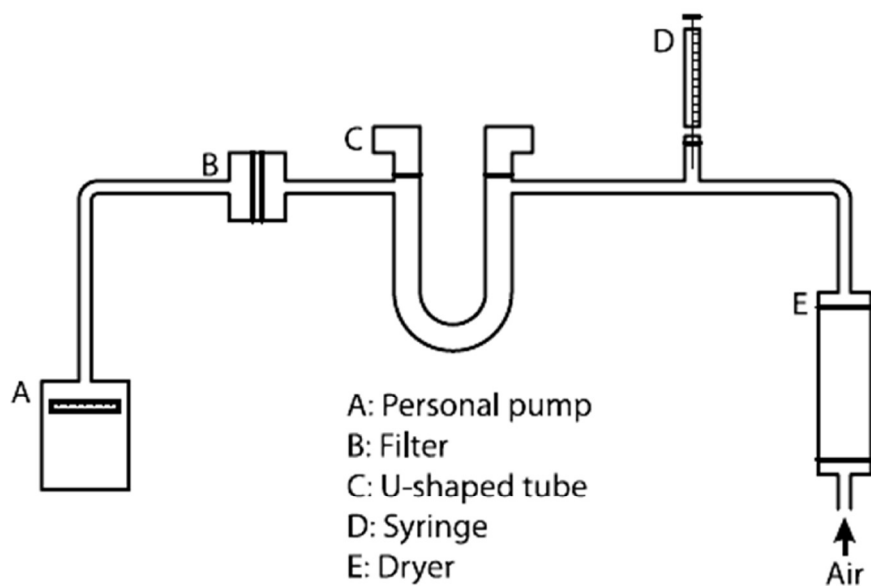


Figure 1. Sample spiking and collection system.

Methyl mercaptan	متیل مرکاپتان
<p>CAS: 64-93-1 RTECS: PB4375000</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH<sub>3</sub>SH وزن مولکولی: ۴۸/۱۱</p> <p>اسامی مترادف: متان اتیول؛ مرکاپتومتان؛ متیل سولفیدرات</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۶/۲؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته g/mL ۰/۸۶۶ در °C ۲۰</p>
<p>OSHA: 10 ppm C</p>	<p>حد مجاز: NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>متیل مرکاپتان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متیل مرکاپتان شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۷۸۰- گاز متیل مرکاپتان، ۹۹/۵٪+</p> <p>۷۸۱- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۸۲- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۸۳- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۸۴- محلول استوک کالیبراسیون متیل مرکاپتان، ۰/۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و در پوش پیچ دار آن را ببندید. ۱ میلی لیتر گاز متیل مرکاپتان خالص (در شرایط °C ۲۵ و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید.</p> <p>۷۸۵- هیدروژن، خالص</p> <p>۷۸۶- هلیوم، خالص</p> <p>۷۸۷- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۱۲۶- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است.</p> <p>برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا</p>	

انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۲۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۲۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار،

وستون

۱۱۲۹- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۳۰- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۳۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۳۲- پیست شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۳۳- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۸۶- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۸۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۸۸- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

**آماده سازی:**

۴۳۰- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بنزید و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.

۴۳۱- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۳۲- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملا جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۰۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم متیل مرکاپتان را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون متیل مرکاپتان را در بالن ژوژه ی

۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت

متیل مرکاپتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>)

را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۰۶- میزان باز یافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت

مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است.

دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی ۰/۲ L/min نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲

اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم متیل مرکاپتان ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

- ۳۷۹- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): متیل مرکاپتان
  - جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
  - دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C}$
  - دمای ستون:  $30^{\circ}\text{C}$  (۲ دقیقه)،  $200^{\circ}\text{C}$  ( $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )
  - گاز حامل: هلیوم ( $1\text{ mL}/\text{min}$ ) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند متیل مرکاپتان: ۲/۴ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۸۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

### محاسبات:

- ۲۷۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  متیل مرکاپتان موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
- ۲۷۹- محاسبه غلظت (C) متیل مرکاپتان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

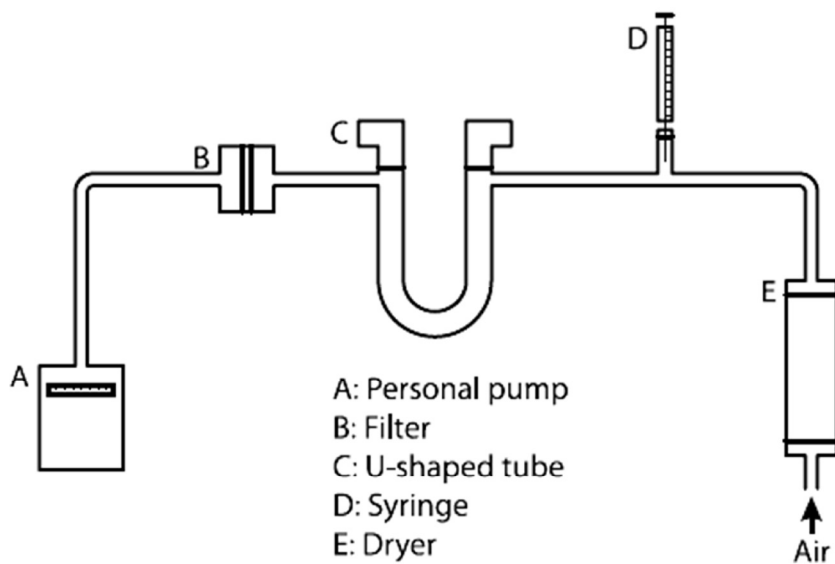


Figure 1. Sample spiking and collection system.

mercaptoethane	مرکاپتواتان
75-08-1 :CAS KI9625000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}$ وزن مولکولی: ۶۲/۱۳
اسامی مترادف: اتیل مرکاپتان ؛ اتان اتیول ؛ اتیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش $35^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته $0.839\text{g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$	
OSHA: 10 ppm C	NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm
احتیاطات ویژه: مرکاپتواتان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. مرکاپتواتان شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۷۸۸- مرکاپتواتان، ۹۹٪+ ۷۸۹- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۰- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۱- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۲- محلول استوک کالبراسیون مرکاپتواتان، $2\text{ mg/mL}$ ؛ $30\text{ mL}$ لیتر مرکاپتواتان را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید. ۷۹۳- هیدروژن، خالص ۷۹۴- هلیوم، خالص ۷۹۵- هوا، تصفیه شده و فشرده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۳۴- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است. برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه	

شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۳۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۳۷- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۳۸- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۳۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۴۰- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۴۱- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۹۰- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۹۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۹۲- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

### آماده سازی:

۴۳۳- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزیند و آن را بدون اینکه خیس شود در



دهانه قیف جداکننده قرار دهید.

۴۳۴- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۳۵- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۰۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم مرکاپتواتان را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتواتان را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت مرکاپتواتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  غلظت) را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۰۸- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی  $0.2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید. نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۳-۱ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم مرکاپتواتان ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۸۱- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و

سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مرکاپتواتان
  - جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)
  - گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جیرانی)
  - زمان ماند مرکاپتواتان: ۳/۲ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۸۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۲۸۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  مرکاپتواتان موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

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

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

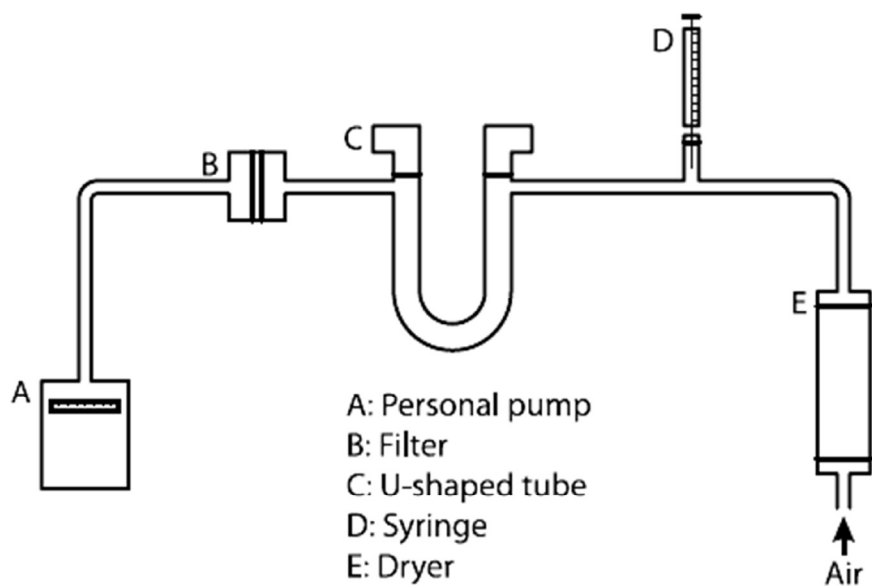


Figure 1. Sample spiking and collection system.

mercaptomethane	مرکاپتومتان
<p>CAS: 64-93-1 RTECS: PB4375000</p>	<p>فرمول شیمیایی: CH<sub>3</sub>SH وزن مولکولی: ۶۸/۱۱</p> <p>اسامی مترادف: متان اتیول؛ متیل مرکاپتان؛ متیل سولفیدرات</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش °C ۶/۲؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰°C</p>
<p>OSHA: 10 ppm C</p>	<p>NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>مرکاپتومتان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. مرکاپتومتان شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۷۹۶- گاز مرکاپتومتان، ۹۹/۵٪+</p> <p>۷۹۷- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۹۸- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۷۹۹- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۸۰۰- محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتومتان، ۰/۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و درپوش پیچ دار آن را ببندید. ۱ میلی لیتر گاز مرکاپتومتان خالص (در شرایط °C ۲۵ و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید.</p> <p>۸۰۱- هیدروژن، خالص</p> <p>۸۰۲- هلیوم، خالص</p> <p>۸۰۳- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۱۴۲- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است. برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) یا</p>	

انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکرلیک در محلول آبی ۵٪ (وزنی/حجمی) استات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

۱۱۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۴۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۴۵- ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۴۶- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۴۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۴۸- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۴۹- قیف جداکننده، ۳۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۶۹۴- قبل از نمونه برداری سریعاً درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.

۶۹۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۹۶- بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.

**آماده سازی:**

۴۳۶- ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) و ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده ۳۰ میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.

۴۳۷- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.

۴۳۸- ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۰۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۱ تا ۵۰ میکرو گرم مرکاپتومتان را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتومتان را در بالن ژوژه ی

۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان 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؛ می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت

مرکاپتومتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۱۰- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت

مورد نظر تعیین کنید. ۴ فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل ۱ نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.

- به مدت ۱۰۰ دقیقه در دبی ۰/۲ L/min نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه ها را استخراج کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم مرکاپتومتان ترسیم کنید.

### اندازه گیری:

۳۸۳- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): مرکاپتومتان

- جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان

- دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$

- دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C}$

- دمای ستون:  $30^{\circ}\text{C}$  (۲ دقیقه)،  $200^{\circ}\text{C}$  ( $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )

- گاز حامل: هلیوم ( $1\text{ mL}/\text{min}$ ) و نیتروژن (جبرانی)

- زمان ماند مرکاپتومتان:  $2/4$  دقیقه

- ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1

۳۸۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند

ایجاد تداخل کنند.

### محاسبات:

۲۸۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  مرکاپتومتان موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

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

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

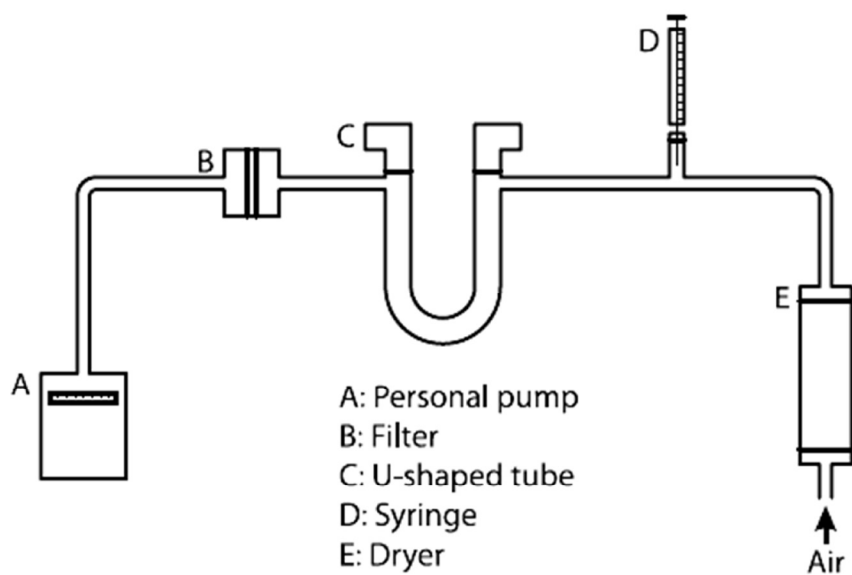


Figure 1. Sample spiking and collection system.



## الف-۱۰- ترکیبات نیتروآروماتیک

o- Methylnitrobenzene	ارتومتیل نیتروبنزن
88-72-2: CAS XT3150000: RTECS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴
<p>اسامی مترادف: ارتو-نیتروتولوئن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ۲-نیتروتولوئن ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش <math>222^\circ\text{C}</math>؛ نقطه ذوب <math>4^\circ\text{C}</math>-؛ فشار بخار <math>0.15\text{mmHg}</math> (۲۰ Pa) در <math>20^\circ\text{C}</math>؛ دانسیته <math>1.163\text{ g/mL}</math> در <math>20^\circ\text{C}</math></p>	
OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm ACGIH: 2 ppm
<p>احتیاطات ویژه: ارتومتیل نیتروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ارتومتیل نیتروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ارتومتیل نیتروبنزن از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهمو گلوبینمی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم: ۸۰۴- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۰۵- ارتومتیل نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۰۶- محلول استوک کالیبراسیون ارتومتیل نیتروبنزن، <math>500\text{ }\mu\text{g/mL}</math>؛ در متانول آماده شود ۸۰۷- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۰۸- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۰۹- هوا، خالص و تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۵۰- 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 <math>40/20</math> مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی): <math>150\text{ mg}</math>، قسمت عقبی: <math>75\text{ mg}</math> که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا</p>	

- شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.
- ۱۱۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۱۵۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۱۵۳- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۱۵۴- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری
- ۱۱۵۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۱۵۶- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری
- ۱۱۵۷- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

- ۶۹۷- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۶۹۸- 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.
- ۶۹۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص  $0.2-0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.
- ۷۰۰- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۴۳۹- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۴۴۰- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۴۴۱- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۱۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۸۲-۳ میکرو گرم ارتومتیل نیتروبنزن

- را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم ارتومتیل نیتروبنزن).
- ۴۱۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ارتومتیل نیتروبنزن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم ارتومتیل نیتروبنزن بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۱۳- 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:

- ۳۸۵- 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.

<p>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ارتومتیل نیتروبنزن</p> <p>- جداساز: ۱ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۳۸۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ارتومتیل نیتروبنزن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۸۴- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ارتومتیل نیتروبنزن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۸۵- محاسبه غلظت (C) ارتومتیل نیتروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>

o-Nitrotoluene	ارتو-نیتروتولون
CAS: 88-72-2 RTECS: XT3150000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴ <b>اسامی مترادف:</b> ارتومتیل نیتروبنزن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ۲-نیتروتولون <b>ویژگی ها:</b> مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $4^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $0.15\text{mmHg}$ (۲۰ Pa) در $20^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1.163\text{g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
<b>OSHA:</b> 5 ppm (skin)	<b>NIOSH:</b> 2 ppm <b>ACGIH:</b> 2 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> ارتو-نیتروتولون بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ارتو-نیتروتولون با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ارتو-نیتروتولون از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهمو گلوبینی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۱۰- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۱۱- ارتو-نیتروتولون؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۱۲- محلول استوک کالیبراسیون ارتو-نیتروتولون، $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۱۳- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۱۴- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۱۵- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۵۸- 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 ۴۰/۲۰ میلی سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت 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 محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۱۵۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min$  ۱-۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۱۶۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۶۱- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۶۲- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۱۶۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۶۴- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۱۶۵- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

۷۰۲- 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.

۷۰۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص  $L/min$  ۰/۲ - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۴۲- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۴۳-  $mL$  ۱ متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۴۴- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۱۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۸۲-۳ میکرو گرم ارتو-نیتروتولون در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم ارتو-نیترتولون).
- ۴۱۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ارتو-نیترتولون را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم ارتو-نیترتولون بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۱۶- 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:

- ۳۸۷- 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): ارتو-نیترتولون
  - جداساز: ۱ mL متانول
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C

<p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۳-۲/۵ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۳۸۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ارتو-نیترو تولوئن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۸۶- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ارتو-نیترو تولوئن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۸۷- محاسبه غلظت (C) ارتو-نیترو تولوئن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>



4-Chloronitrobenzene	۴-کلرو نیتروبنزن
CAS: 100-00-5 RTECS: CZ1050000 اسامی مترادف: ۱-کلرو-۴-نیتروبنزن؛ ۴-نیتروکلروبنزن؛ PCNB؛ PNCB ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش °C ۲۴۲؛ نقطه ذوب °C ۸۳؛ فشار بخار mmHg ۰/۲ (۲۸ Pa) در °C ۳۰؛ دانسیته g/mL ۱/۲۹۸ در °C ۲۰	فرمول شیمیایی: C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> ClNO <sub>2</sub> وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶ OSHA: 0.16 ppm NIOSH: Cancer suspect agent ACGIH: 0.1 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۴-کلرو نیتروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ۴-کلرو نیتروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ۴-کلرو نیتروبنزن سرطان زا است. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۱۶- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۱۷- ۴-کلرو نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۱۸- محلول استوک کالیبراسیون ۴-کلرو نیتروبنزن، ۵۰۰ µg/mL؛ در متانول آماده شود ۸۱۹- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۲۰- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۲۱- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۶۶- 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 ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت 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 محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۱۶۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۱۶۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۶۹- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۷۰- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۱۷۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۷۲- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۱۷۳- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

۷۰۶- 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.

۷۰۷- نمونه برداری را در دبی  $1 \text{ L/min}$  یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۴۵- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۴۶- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۴۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۱۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۹۵-۸ میکرو گرم ۴-کلرو نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲و۱ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم ۴-کلرو نیتروبنزن).
- ۴۱۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ۴-کلرو نیتروبنزن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - چند دقیقه منتظر بمانید تا تعادل با هوای محیط صورت گیرد، سپس درپوش و بال 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 استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱و۲ اندازه گیری).
  - نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۴-کلرو نیتروبنزن باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۱۹- 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:

- ۳۸۹- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۴-کلرو نیتروبنزن

<p>- جداساز: ۱ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۳-۵ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارددهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۳۹۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ۴- کلرو نیتروبنزن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۸۸- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۴- کلرو نیتروبنزن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۸۹- محاسبه غلظت (C) ۴- کلرو نیتروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>

1-Chloro-4-nitrobenzene	۱-کلرو-۴-نیتروبنزن
100-00-5 :CAS CZ1050000 :RTECS	فرمول شیمیایی: $C_6H_4ClNO_2$ وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶
اسامی مترادف: ۴-کلرو نیتروبنزن؛ ۴-نیتروکلروبنزن؛ PCNB؛ PCNB ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش $242^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $83^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.2 \text{ mmHg}$ (۲۸ Pa) در $30^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.298 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$	
OSHA: 0.16 ppm	NIOSH: Cancer suspect agent حد مجاز: ACGIH: 0.1 ppm
احتیاطات ویژه: "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" سرطان زا است. متانول به شدت قابل انفجار است.	
مواد و محلولهای لازم: ۸۲۲- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۲۳- "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۲۴- محلول استوک کالیبراسیون "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"، $500 \mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۲۵- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۲۶- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۲۷- هوا، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۷۴- 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 $40/20$ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی): $150 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $75 \text{ mg}$ که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا	

<p>شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.</p> <p>۱۱۷۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>1-0.1</math> L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p> <p>۱۱۷۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون</p> <p>۱۱۷۷- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۱۱۷۸- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری</p> <p>۱۱۷۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p> <p>۱۱۸۰- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری</p> <p>۱۱۸۱- حمام اولتراسونیک</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۷۰۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۷۱۰- 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.</p> <p>۷۱۱- نمونه برداری را در دبی <math>1</math> L/min یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۷۱۲- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۴۴۸- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.</p> <p>۴۴۹- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۴۵۰- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۴۲۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۹۵-۸ میکرو گرم "۱-کلرو-۴-</p>

- نیتروبنزن" را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن").
- ۴۲۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۲۲- 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:

- ۳۹۱- 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.

<p>- آنالیت (ماده مورد تجزیه): "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"</p> <p>- جداساز: ۱ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۱۸۰ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۳-۲/۵ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۳۹۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۹۰- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۹۱- محاسبه غلظت (C) "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>



2-Methylnitrobenzene	۲-متیل نیتروبنزن
CAS: 88-72-2 RTECS: XT3150000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴ اسامی مترادف: ارتومتیل نیتروبنزن؛ ارتو-نیتروتولون؛ ۲-نیتروتولون ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $4^\circ\text{C}$ -؛ فشار بخار $0.15\text{mmHg}$ (۲۰ Pa) در $20^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1.163\text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm ACGIH: 2 ppm حدمجاز:
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۲-متیل نیتروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ۲-متیل نیتروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ۲-متیل نیتروبنزن از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهمو گلوبینی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۲۸- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۲۹- ۲-متیل نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۳۰- محلول استوک کالیبراسیون ۲-متیل نیتروبنزن، $500\ \mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۳۱- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۳۲- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۳۳- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۸۲- 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 $40/20$ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی): $150\text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $75\text{ mg}$ که توسط یک لایه $2$ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه $3$ میلی متری فوم	

اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۱۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min$  ۱-۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۱۸۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۸۵- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۸۶- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۱۸۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۸۸- بییت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۱۸۹- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

۷۱۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

۷۱۴- 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.

۷۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص  $L/min$  ۰/۲ - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱۰ تا

۳۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۵۱- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای

قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۵۲- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۵۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۲۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۸۲-۳ میکرو گرم ۲-متیل نیتروبنزن

را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم ۲-متیل نیتروبنزن).
- ۴۲۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ۲-متیل نیتروبنزن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم ۲-متیل نیتروبنزن باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۲۵- 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:

- ۳۹۳- 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): ۲-متیل نیتروبنزن

<p>- جداساز: ۱ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۳-۲/۵ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۳۹۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ۲-متیل نیتروبنزن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۹۲- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-متیل نیتروبنزن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۹۳- محاسبه غلظت (C) ۲-متیل نیتروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>

Nitrobenzene	نیتروبنزن
CAS: 98-95-3 RTECS: DA6475000	فرمول شیمیایی: $C_6H_5NO_2$ وزن مولکولی: ۱۲۳/۱۱ اسامی مترادف: نیتروبنزنول؛ روغن میرین ویژگی ها: مایع روغنی بی رنگ با بوی مغز بادام؛ نقطه جوش $211^{\circ}C - 210^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $5^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.3 \text{ mmHg}$ ( $37 \text{ Pa}$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.196 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 1 ppm (skin)	NIOSH: 1 ppm (skin) ACGIH: 1 ppm (skin)
<b>احتیاطات ویژه:</b> نیتروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس نیتروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. نیتروبنزن از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهمو گلوبینی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۳۴- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۳۵- نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۳۶- محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزن، $500 \mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۳۷- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۳۸- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۳۹- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۹۰- 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 $40/20$ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی): $150 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $75 \text{ mg}$ 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 محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۱۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1 \text{ L/min}$  -۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۱۹۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۹۳- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۹۴- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۱۹۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۹۶- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۱۹۷- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

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

۷۱۹- نمونه برداری را در دبی  $1 \text{ L/min}$  یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۵۴- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۵۵- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۵۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۲۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۹۸-۲ میکرو گرم نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر کردن

- منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم نیتروبنزن).
- ۴۲۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم نیتروبنزن بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۲۸- 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:

- ۳۹۵- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نیتروبنزن
  - جداساز: ۱ mL متانول
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C

<p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۳۹۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه نیتروبنزن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۹۴- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نیتروبنزن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۹۵- محاسبه غلظت (C) نیتروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>



Nitrobenzol	نیتروبنزول
CAS: 98-95-3 RTECS: DA6475000	فرمول شیمیایی: $C_6H_5NO_2$ وزن مولکولی: ۱۲۳/۱۱ اسامی مترادف: نیتروبنزن؛ روغن میرین ویژگی ها: مایع روغنی بی رنگ با بوی مغز بادام؛ نقطه جوش $211-210^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $6^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.3 \text{ mmHg}$ (۳۷ Pa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.196 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 1 ppm (skin)	NIOSH: 1 ppm (skin) ACGIH: 1 ppm (skin)
<b>احتیاطات ویژه:</b> نیتروبنزول بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس نیتروبنزول با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. نیتروبنزول از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهمو گلوینمی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۴۰- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۴۱- نیتروبنزول؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۴۲- محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزول، $500 \mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۴۳- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۴۴- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۴۵- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۱۹۸- 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 $40/20$ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت 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 محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۱۹۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1-0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۲۰۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۲۰۱- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۰۲- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۲۰۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۰۴- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۲۰۵- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

۷۲۲- 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.

۷۲۳- نمونه برداری را در دبی  $1 \text{ L/min}$  یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۵۷- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۵۸-  $1 \text{ mL}$  متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۵۹- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۲۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۹۸-۲ میکرو گرم نیتروبنزول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر کردن

- منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم نیتروبنزول).
- ۴۳۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزول را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم نیتروبنزول بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۳۱- 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:

- ۳۹۷- 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): نیتروبنزول
  - جداساز: ۱ mL متانول
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C

<p>- دمای آشکارساز: <math>300^{\circ}\text{C}</math></p> <p>- دمای ستون: <math>80^{\circ}\text{C}</math> به مدت ۱ دقیقه، تا <math>180^{\circ}\text{C}</math> (<math>8^{\circ}\text{C}/\text{min}</math>)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (<math>3-5\text{ mL}/\text{min}</math>)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۳۹۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه نیتروبنزول داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۹۶- جرم برحسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نیتروبنزول موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۹۷- محاسبه غلظت (C) نیتروبنزول در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg}/\text{m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g}/\text{mL} = \text{mg}/\text{m}^3</math></p>

2-Nitrotoluene	۲-نیتروتولوئن
CAS: 88-72-2 RTECS: XT3150000	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$ وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴ <b>اسامی مترادف:</b> ارتومتیل نیتروبنزن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ارتو-نیتروتولوئن <b>ویژگی ها:</b> مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^\circ\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $4^\circ\text{C}$ -؛ فشار بخار $0.15\text{mmHg}$ (۲۰ Pa) در $20^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته $1.163\text{g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$
<b>OSHA:</b> 5 ppm (skin)	<b>NIOSH:</b> 2 ppm <b>ACGIH:</b> 2 ppm <b>حدمجاز:</b>
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۲-نیتروتولوئن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ۲-نیتروتولوئن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ۲-نیتروتولوئن از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهموگلوبینمی شود. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۴۶- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۴۷- ۲-نیتروتولوئن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۴۸- محلول استوک کالیبراسیون ۲-نیتروتولوئن، $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۴۹- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۵۰- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۵۱- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۰۶- 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 ۴۰/۲۰ میلی سیلیکاژل (قسمت جلویی): ۱۵۰ mg، قسمت 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	

<p>اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.</p> <p>۱۲۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>1 - 0.1 \text{ L/min}</math>، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p> <p>۱۲۰۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون</p> <p>۱۲۰۹- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۱۲۱۰- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری</p> <p>۱۲۱۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p> <p>۱۲۱۲- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری</p> <p>۱۲۱۳- حمام اولتراسونیک</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۷۲۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۷۲۶- 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.</p> <p>۷۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص <math>0.2 - 0.1 \text{ L/min}</math> برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.</p> <p>۷۲۸- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۴۶۰- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.</p> <p>۴۶۱- <math>1 \text{ mL}</math> متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۴۶۲- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۴۳۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۸۲-۳ میکرو گرم ۲-نیترو تولوئن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر</p>

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم ۲-نیترتولون).
  - ۴۳۳-راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ۲-نیترتولون را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم ۲-نیترتولون بازیافت شده ترسیم کنید.
  - ۴۳۴- 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:

- ۳۹۹- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۲-نیترتولون
  - جداساز: ۱ mL متانول

<ul style="list-style-type: none"> <li>- دمای تزریق: <math>25.0^{\circ}\text{C}</math></li> <li>- دمای آشکارساز: <math>30.0^{\circ}\text{C}</math></li> <li>- دمای ستون: <math>80^{\circ}\text{C}</math> به مدت ۱ دقیقه، تا <math>180^{\circ}\text{C}</math> (<math>180^{\circ}\text{C}/\text{min}</math>)</li> <li>- گاز حامل: هلیوم (<math>3-5\text{ mL}/\text{min}</math>)</li> <li>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</li> </ul> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۴۰۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گر ها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ۲-نیتروتولون داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۲۹۸- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-نیتروتولون موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۲۹۹- محاسبه غلظت (C) ۲-نیتروتولون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{ mg}/\text{m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g}/\text{mL} = \text{mg}/\text{m}^3</math></p>



4-Nitrochlorobenzene	۴- نیتروکلروبنزن
CAS: 100-00-5 RTECS: CZ1050000 اسامی مترادف: ۱- کلرو-۴-نیتروبنزن؛ ۴-کلرو نیتروبنزن؛ PCNB؛ PNCB ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش °C ۲۴۲؛ نقطه ذوب °C ۸۳؛ فشار بخار mmHg ۰/۲ (۲۸ Pa) در °C ۳۰؛ دانسیته g/mL ۱/۲۹۸ در °C ۲۰	فرمول شیمیایی: $C_6H_4ClNO_2$ وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶ OSHA: 0.16 ppm NIOSH: Cancer suspect agent ACGIH: 0.1 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۴- نیتروکلروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ۴- نیتروکلروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. ۴- نیتروکلروبنزن سرطان زا است. متانول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۵۲- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۵۳- ۴- نیتروکلروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۵۴- محلول استوک کالیبراسیون ۴- نیتروکلروبنزن، ۵۰۰ $\mu\text{g/mL}$ ؛ در متانول آماده شود ۸۵۵- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۵۶- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۵۷- هوا، خالص و تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۱۴- 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 ۴۰/۲۰ میلی سیلیکاژل (قسمت جلویی: ۱۵۰ mg، قسمت 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 محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۲۱۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min$  ۱-۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۲۱۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۲۱۷- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۱۸- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۲۱۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۲۰- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۲۲۱- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

۷۳۰- 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.

۷۳۱- نمونه برداری را در دبی  $L/min$  ۱ یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۶۳- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.

۴۶۴- ۱ mL متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

۴۶۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۳۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۵۹۵-۸ میکرو گرم ۴- نیتروکلروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متانول 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 پیک در برابر میکرو گرم ۴- نیتروکلروبنزن).
- ۴۳۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از 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.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ۴- نیتروکلروبنزن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - 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.
  - محلول های فوق 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 میکرو گرم ۴- نیتروکلروبنزن بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۳۷- 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:

- ۴۰۱- 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): ۴- نیتروکلروبنزن

<p>- جداساز: ۱ mL متانول</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)</p> <p>- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)</p> <p>- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۴۰۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> هر ماده ای که زمان ماند مشابه ۴- نیتروکلروبنزن داشته باشد می تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۰۰- جرم بر حسب <math>\mu\text{g}</math> (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۴- نیتروکلروبنزن موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۰۱- محاسبه غلظت (C) ۴- نیتروکلروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V}, \text{mg/m}^3$ <p>NOTE: <math>\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3</math></p>

## الف-۱- نیتروزامین ها

dimethylnitrosamine	دی متیل نیتروزامین
CAS: 62-75-9	فرمول شیمیایی: $(CH_3)_2N-N=O$
RTECS: IQ0525000	وزن مولکولی: ۷۴/۱
اسامی مترادف: n-نیتروزودی متیل آمین؛ n-متیل-n-نیتروزومتانامین؛ DMNA؛ DMN	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $151^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $2/7 \text{ mmHg}$ ( $0/36 \text{ kPa}$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$
OSHA: carcinogen	حدمجاز: NIOSH: suspected carcinogen
	ACGIH: suspected carcinogen
	احتیاطات ویژه:
	دی متیل نیتروزامین بر اساس طبقه بندی OSHA سرطان زا است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم:
	۸۵۸- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی
	۸۵۹- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی
	۸۶۰- محلول استاندارد دی متیل نیتروزامین
	۸۶۱- حلال واجذب؛ نسبت حجمی $1/3$ دی کلرومتان/متانول
	۸۶۲- نیتروژن، خالص
	۸۶۳- اکسیژن، خالص، $99/99\%$
	۸۶۴- ازن، خالص، $99/99\%$
	۸۶۵- هوا، تصفیه شده و فشرده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	۱۲۲۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل
	Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA
	01824, 508/251-2000
	۱۲۲۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $2 \text{ L/min}$ - $0/2$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

- ۱۲۲۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲۲۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۲۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۲۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۲۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها
- ۱۲۲۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی
- ۱۲۳۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری
- ۱۲۳۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

#### نمونه برداری:

- ۷۳۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۳۴- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.
- ۷۳۵- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.
- ۷۳۶- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
- ۷۳۷- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷۳۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۷۳۹- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.
- ۷۴۰- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.
- ۷۴۱- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

۴۶۶- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

۴۶۷- ویال ها را برچسب گذاری کنید.

۴۶۸- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

۴۶۹- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.

نکته: دبی بهینه برای واجذب  $0.5 \text{ mL/min}$  است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۳۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم دی متیل نیتروزامین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.25 - 0.025 \mu\text{g/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی متیل نیتروزامین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم دی متیل نیتروزامین).

۴۳۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی متیل نیتروزامین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.

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

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم دی متیل نیتروزامین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۴۰- 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:

۴۰۳- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دی متیل نیتروزامین

- جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۶۰۰ °C - ۵۵۰

- دمای ستون: ۱۲۰ °C

- زمان ماند: ۲/۲ دقیقه

- گاز حامل: نیتروژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۴۰۴- 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.

۴۰۵- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

۳۰۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی متیل نیتروزامین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۳۰۳- محاسبه غلظت (C) دی متیل نیتروزامین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



N-Methyl-N-nitrosomethanamine	n-متیل-n-نیتروزومتانامین
CAS: 62-75-9 RTECS: IQ0525000 DMNA؛ DMN؛ دی متیل نیتروزامین؛ ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۵۱؛ فشار بخار mmHg ۲/۷ (۰/۳۶ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۱ g/mL در °C ۲۰	فرمول شیمیایی: $(CH_3)_2N-N=O$ وزن مولکولی: ۷۴/۱ اسامی مترادف: n-نیتروزودی متیل آمین؛ دی متیل نیتروزامین؛ ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۵۱؛ فشار بخار mmHg ۲/۷ (۰/۳۶ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۱ g/mL در °C ۲۰
<b>حدمجاز:</b> OSHA: carcinogen NIOSH: suspected carcinogen ACGIH: suspected carcinogen	
<b>احتیاطات ویژه:</b> n-متیل-n-نیتروزومتانامین بر اساس طبقه بندی OSHA سرطان زا است. همیشه در زیر هود یا تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۶۶- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۶۷- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۶۸- محلول استاندارد n-متیل-n-نیتروزومتانامین ۸۶۹- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول ۸۷۰- نیتروژن، خالص ۸۷۱- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۸۷۲- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۸۷۳- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۳۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 ۱۲۳۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	

- ۱۲۳۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲۳۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۳۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۳۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۳۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها
- ۱۲۳۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی
- ۱۲۴۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری
- ۱۲۴۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

#### نمونه برداری:

- ۷۴۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۴۳- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.
- ۷۴۴- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.
- ۷۴۵- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
- ۷۴۶- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $2 - 0.2$  L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۷۴۸- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.
- ۷۴۹- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.
- ۷۵۰- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۴۷۰- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.
- ۴۷۱- ویال ها را برچسب گذاری کنید.
- ۴۷۲- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.
- ۴۷۳- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.
- نکته: دبی بهینه برای واجذب ۰/۵ mL/min است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۴۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم n-متیل-n-نیتروزومتانامین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید (۰/۲۵ - ۰/۰۲۵ μg/mL).
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-متیل-n-نیتروزومتانامین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم n-متیل-n-نیتروزومتانامین).
- ۴۴۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-متیل-n-نیتروزومتانامین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم n-متیل-n-نیتروزومتانامین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۴۳- 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:

۴۰۶- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): n-متیل-n-نیتروزومتانامین
  - جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۶۰۰ - ۵۵۰ °C
  - دمای ستون: ۱۲۰ °C
  - زمان ماند: ۲/۲ دقیقه
  - گاز حامل: نیترژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)
  - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۴۰۷- 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.
- ۴۰۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

۳۰۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-متیل-n-نیتروزومتانامین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۳۰۵- محاسبه غلظت n(C)-متیل-n-نیتروزومتانامین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

N-nitrosopyrrolidine	n-نیتروزوپیرولیدین
CAS: 930-55-2 RTECS: UY1575000 اسامی مترادف: ۴-نیتروزوپیرولیدین؛ N-NPyr؛ NPYR؛ PYRNA ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۲۱۴؛ دانسیته ۱/۰۹ g/mL در °C ۲۰؛ فشار بخار °C ۲۰ در (۱۰ Pa) ۰/۰۷۲mmHg	فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> N-N=O وزن مولکولی: ۱۰۰/۱
<b>حدمجاز: -</b>	
<b>احتیاطات ویژه:</b> n-نیتروزوپیرولیدین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۷۴- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۷۵- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۷۶- محلول استاندارد n-نیتروزوپیرولیدین ۸۷۷- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول ۸۷۸- نیتروژن، خالص ۸۷۹- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۸۸۰- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۸۸۱- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۴۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 ۱۲۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	

- ۱۲۴۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲۴۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۴۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۴۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۴۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها
- ۱۲۴۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی
- ۱۲۵۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری
- ۱۲۵۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

#### نمونه برداری:

- ۷۵۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۵۲- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.
- ۷۵۳- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.
- ۷۵۴- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
- ۷۵۵- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷۵۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۷۵۷- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.
- ۷۵۸- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.
- ۷۵۹- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۴۷۴- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.
- ۴۷۵- ویال ها را برجسب گذاری کنید.
- ۴۷۶- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.
- ۴۷۷- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برجسب گذاری شده انتقال دهید.
- نکته: دبی بهینه برای واجذب ۰/۵ mL/min است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۴۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم n- نیتروزیپرویلیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید (۰/۲۵ - ۰/۰۲۵ μg/mL).
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزیپرویلیدین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم n- نیتروزیپرویلیدین).
- ۴۴۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد n- نیتروزیپرویلیدین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم n-نیتروزوپروپیلیدین بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۴۶- 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:

- ۴۰۹- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): n-نیتروزوپروپیلیدین
- جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳
- دمای تزریق: ۲۰۰ °C
- دمای آشکارساز: ۶۰۰ °C - ۵۵۰
- دمای ستون: ۱۶۶ °C
- زمان ماند: ۱۱/۲ دقیقه
- گاز حامل: نیتروژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ
- ۴۱۰- 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.
- ۴۱۱- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

- ۳۰۶- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-نیتروزوپروپیلیدین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
- ۳۰۷- محاسبه غلظت n(C)-نیتروزوپروپیلیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



1-Nitrosopyrrolidine	۱- نیتروزوپینولیدین
<p>CAS: 930-55-2</p> <p>RTECS: UY1575000</p> <p>اسامی مترادف: n-نیتروزوپیرولیدین؛ N-NPyr؛ NPYR؛ PYRNA</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۲۱۴؛ دانسیته ۱/۰۹ g/mL در °C ۲۰؛ فشار بخار ۰/۰۷۲mmHg (۱۰ Pa) در °C ۲۰</p>	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>N-N=O</p> <p>وزن مولکولی: ۱۰۰/۱</p>
<b>حدمجاز: -</b>	
<p style="text-align: center;"><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>۱- نیتروزوپینولیدین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.</p>	
<p style="text-align: center;"><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۸۸۲- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۸۸۳- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۸۸۴- محلول استاندارد ۱- نیتروزوپینولیدین</p> <p>۸۸۵- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول</p> <p>۸۸۶- نیتروژن، خالص</p> <p>۸۸۷- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪</p> <p>۸۸۸- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪</p> <p>۸۸۹- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p style="text-align: center;"><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۲۵۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل          Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA          01824, 508/251-2000</p> <p>۱۲۵۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p>	

- ۱۲۵۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار،  
 وستون
- ۱۲۵۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۵۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۵۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۵۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها
- ۱۲۵۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی
- ۱۲۶۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری
- ۱۲۶۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

#### نمونه برداری:

- ۷۶۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۶۱- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.
- ۷۶۲- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.
- ۷۶۳- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
- ۷۶۴- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷۶۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.
- ۷۶۶- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.
- ۷۶۷- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.
- ۷۶۸- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۴۷۸- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.
- ۴۷۹- ویال ها را برچسب گذاری کنید.
- ۴۸۰- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.
- ۴۸۱- توسط سرنگ، لوله Themosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.
- نکته: دبی بهینه برای واجذب ۰/۵ mL/min است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۴۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم ۱- نیتروزوپینولیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید (۰/۲۵ - ۰/۰۲۵ μg/mL).
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱- نیتروزوپینولیدین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم ۱- نیتروزوپینولیدین).
- ۴۴۸- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Themosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱- نیتروزوپینولیدین را مستقیماً به لوله Themosorb/N تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۱- نیتروزوپینولیدین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۴۹- 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:

۴۱۲- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱- نیتروزوپینولیدین

- جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۵۵۰ - ۶۰۰ °C

- دمای ستون: ۱۶۶ °C

- زمان ماند: ۱۱/۲ دقیقه

- گاز حامل: نیتروژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

۴۱۳- 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.

۴۱۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

۳۰۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۱- نیتروزوپینولیدین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۳۰۹- محاسبه غلظت (C) ۱- نیتروزوپینولیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

N-nitrosodimethylamine	n-نیتروزودی متیل آمین
<p>CAS: 62-75-9</p> <p>RTECS: IQ0525000</p> <p>اسامی مترادف: n-متیل-n-نیتروزومتانامین؛ دی متیل نیتروزامین؛ DMNA؛ DMN</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۱۵۱؛ فشار بخار ۲/۷ mmHg (۰/۳۶ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۱ g/mL در °C ۲۰</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>(CH_3)_2N-N=O</math></p> <p>وزن مولکولی: ۷۴/۱</p>
<p>OSHA: carcinogen    NIOSH: suspected carcinogen    <b>حدمجاز:</b></p> <p>ACGIH: suspected carcinogen</p>	
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>n-نیتروزودی متیل آمین بر اساس طبقه بندی OSHA سرطان زا است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۸۹۰- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۸۹۱- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۸۹۲- محلول استاندارد n-نیتروزودی متیل آمین</p> <p>۸۹۳- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول</p> <p>۸۹۴- نیتروزن، خالص</p> <p>۸۹۵- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪</p> <p>۸۹۶- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪</p> <p>۸۹۷- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۲۶۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل          Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA          01824, 508/251-2000</p> <p>۱۲۶۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p>	

۱۲۶۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار،  
 وستون

۱۲۶۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۶۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۲۶۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۶۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها

۱۲۶۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی

۱۲۷۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری

۱۲۷۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

#### نمونه برداری:

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

۷۷۰- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.

۷۷۱- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر  
 علامت "AIR IN" نگه دارید.

۷۷۲- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری  
 کنید.

۷۷۳- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی  
 متصل کنید.

۷۷۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای  
 ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.

۷۷۵- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.

۷۷۶- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.

۷۷۷- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال  
 بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۴۸۲- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.
  - ۴۸۳- ویال ها را برچسب گذاری کنید.
  - ۴۸۴- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.
  - ۴۸۵- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.
- نکته: دبی بهینه برای واجذب ۰/۵ mL/min است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۵۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم n-نیتروزودی متیل آمین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید (۰/۲۵ - ۰/۰۲۵ μg/mL).
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزودی متیل آمین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم n-نیتروزودی متیل آمین).
- ۴۵۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزودی متیل آمین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.
- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم n-نیتروزودی متیل آمین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۵۲- 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:

۴۱۵- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): n-نیتروزودی متیل آمین
  - جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۵۵۰ - ۶۰۰ °C
  - دمای ستون: ۱۲۰ °C
  - زمان ماند: ۲/۲ دقیقه
  - گاز حامل: نیتروژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)
  - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۴۱۶- 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.
- ۴۱۷- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

۳۱۰- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-نیتروزودی متیل آمین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۳۱۱- محاسبه غلظت n(C)-نیتروزودی متیل آمین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



4-Nitrosomorpholine	۴- نیتروزومورفولین
CAS: 59-89-2 RTECS: QE7525000 اسامی مترادف: n-نیتروزومورفولین؛ NMOR؛ MORNA ویژگی ها: مایع/کریستال؛ نقطه جوش °C ۲۲۵؛ نقطه ذوب °C ۲۹	فرمول شیمیایی: $C_4H_8N_2O_2$ وزن مولکولی: ۱۱۶/۱ حد مجاز: -
<b>احتیاطات ویژه:</b> ۴- نیتروزومورفولین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۸۹۸- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۹۹- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۰۰- محلول استاندارد ۴- نیتروزومورفولین ۹۰۱- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول ۹۰۲- نیتروژن، خالص ۹۰۳- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۹۰۴- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۹۰۵- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۷۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 ۱۲۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۲۷۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون	

۱۲۷۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۷۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۲۷۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۷۸- پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها

۱۲۷۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی

۱۲۸۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری

۱۲۸۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

### نمونه برداری:

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

۷۷۹- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.

۷۸۰- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.

۷۸۱- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.

۷۸۲- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۷۸۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.

۷۸۴- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.

۷۸۵- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.

۷۸۶- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

۴۸۶- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

۴۸۷- ویال ها را برچسب گذاری کنید.

۴۸۸- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

۴۸۹- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.

نکته: دبی بهینه برای واجذب ۰/۵ mL/min است.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۵۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم ۴-

نیتروزومورفولین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.025 - 0.25 \mu\text{g/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۴- نیتروزومورفولین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم ۴- نیتروزومورفولین).

۴۵۴- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۴- نیتروزومورفولین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.

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

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم ۴- نیتروزومورفولین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۵۵- 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:

۴۱۸- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): ۴- نیتروزومورفولین
- جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳
- دمای تزریق: ۲۰۰ °C
- دمای آشکارساز: ۶۰۰ - ۵۵۰ °C
- دمای ستون: ۱۷۸ °C
- زمان ماند: ۱۳/۲ دقیقه
- گاز حامل: نیتروژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

۴۱۹- 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.

۴۲۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

۳۱۲- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۴- نیتروزومورفولین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.

۳۱۳- محاسبه غلظت (C) ۴- نیتروزومورفولین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

N-nitrosomorpholine	n-نیتروزومورفولین
CAS: 59-89-2 RTECS: QE7525000 اسامی مترادف: ۴-نیتروزومورفولین؛ NMOR؛ MORNA ویژگی ها: مایع/کریستال؛ نقطه جوش °C ۲۲۵؛ نقطه ذوب °C ۲۹	فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub> وزن مولکولی: ۱۱۶/۱ خدمت: -
<b>احتیاطات ویژه:</b> n-نیتروزومورفولین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۰۶- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۰۷- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۰۸- محلول استاندارد n-نیتروزومورفولین ۹۰۹- حلال واجذب؛ نسبت حجمی ۱/۳ دی کلرومتان/متانول ۹۱۰- نیتروژن، خالص ۹۱۱- اکسیژن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۹۱۲- ازن، خالص، ۹۹/۹۹٪ ۹۱۳- هوا، تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۲۸۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 ۱۲۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۲ L/min-۰/۲، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۲۸۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون	

۱۲۸۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۸۶- سرنگ های ۱، ۵، ۱۰، ۲۵ و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۲۸۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۸۸- پیت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها

۱۲۸۹- دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی

۱۲۹۰- سرنگ های شیشه ای ۵ میلی لیتری

۱۲۹۱- سوزن تزریق؛ کند، صنعتی

### نمونه برداری:

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

۷۸۸- لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.

۷۸۹- در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.

۷۹۰- بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.

۷۹۱- لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۷۹۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۲ L/min - ۰/۲ برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰۰ لیتر انجام دهید.

۷۹۳- بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.

۷۹۴- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.

۷۹۵- لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### آماده سازی:

۴۹۰- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

۴۹۱- ویال ها را برچسب گذاری کنید.

۴۹۲- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

۴۹۳- توسط سرنگ، لوله Themosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.

نکته: دبی بهینه برای واجذب  $0.5 \text{ mL/min}$  است.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۵۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم n- نیتروزومورفولین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.025 - 0.25 \mu\text{g/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزومورفولین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) 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 پیک در برابر میکرو گرم n- نیتروزومورفولین).

۴۵۷- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Themosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد n- نیتروزومورفولین را مستقیماً به لوله Themosorb/N تزریق کنید.

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

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱-۴ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم n-نیتروزومورفولین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۵۸- 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:

- ۴۲۱- دستگاه گاز کروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): n-نیتروزومورفولین
  - جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳
  - دمای تزریق: ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۵۵۰ - ۶۰۰ °C
  - دمای ستون: ۱۷۸ °C
  - زمان ماند: ۱۳/۲ دقیقه
  - گاز حامل: نیترژن (۲۵ mL/min)، اکسیژن (۵ mL/min)، ازن (۰/۲ mL/min)
  - ستون: فولاد ضدزنگ
- ۴۲۲- 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.
- ۴۲۳- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرها: -

#### محاسبات:

- ۳۱۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-نیتروزومورفولین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
- ۳۱۵- محاسبه غلظت n(C)-نیتروزومورفولین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



## الف-۱۲- نفتاها

Mineral spirit	الکل معدنی
<p>CAS: 8052-41-3</p> <p>RTECS: WJ89250000</p> <p>ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش °C ۱۵۰-۲۰۰؛ فشار بخار ۲ mmHg (۰/۲۷۵۸ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۸۱-۰/۷۷ g/mL در °C ۱۵</p>	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>9</sub>-C<sub>12</sub></p> <p>اسامی مترادف: -</p>
<p>NIOSH: 2900 mg/m<sup>3</sup> (500 ppm)</p> <p>ACGIH: 350 mg/m<sup>3</sup>, 1800 mg/m<sup>3</sup> C</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۱۴- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب</p> <p>نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد.</p> <p>۹۱۵- نمونه بالک الکل معدنی</p> <p>۹۱۶- نیتروژن یا هلیوم، خالص</p> <p>۹۱۷- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۱۸- هوا، تصفیه شده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۲۹۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار</p>	

- گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1 \text{ L/min}$  نباید از  $3/4 \text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۲۹۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۲۹۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۲۹۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲۹۶- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری
- ۱۲۹۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۹۸- پیپت ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

- ۷۹۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۷۹۷- 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.
- ۷۹۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8$  میلی گرم الکل معدنی باشد انجام دهید.
- ۷۹۹- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک الکل معدنی را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

- ۴۹۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۴۹۵-  $1 \text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۴۹۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۵۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۱۰ میلی گرم الکل معدنی را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک الکل معدنی در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم الکل معدنی).
- ۴۶۰- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک الکل معدنی را مستقیماً 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 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 میلی گرم الکل معدنی باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۶۱- 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:**

- ۴۲۴- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): الکل معدنی
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
  - حجم تزریق: ۵ μL (برای ستون موئین ۱-۱ μL)
  - دمای تزریق: ۲۵۰ - ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۲۵۰ - ۵ °C/min (۸)
  - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
  - ستون: شیشه ای SP-2100 on Supelcoport 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)
- نکته ۱: 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.
- ۴۲۵- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک الکل معدنی را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۱۶- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) الکل معدنی 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.

۳۱۷- محاسبه غلظت (C) الکل معدنی در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

benzin	بنزین
8032-32-4 :CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>5</sub> -C <sub>6</sub>
OI6180000 : RTECS	اسامی مترادف: Petroleum ether
ویژگی ها: هیدروکربن آلیفاتیک؛ گستره جوش °C ۶۰-۳۰؛ فشار بخار ۱۰۰ mmHg	در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۶۶-۰/۶۳ در °C ۱۵
OSHA:-	NIOSH:-
ACGIH: 350 mg/m <sup>3</sup> , 1800 mg/m <sup>3</sup> C	حدمجاز:
احتیاطات ویژه:	
کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۹۱۹- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزاکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب	
نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد.	
نکته: می توانید از تولون بجای کربن دی سولفید استفاده کنید.	
۹۲۰- نمونه بالک بنزین	
۹۲۱- نیتروژن یا هلیوم ، خالص	
۹۲۲- هیدروژن، خالص	
۹۲۳- هوا، تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۲۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار	

گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  نباید از  $3/4\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2\text{ L/min} - 0/1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۰۱- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۰۲- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۰۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری

۱۳۰۴- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۰۵- پیپت ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۸۰۱- 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.

۸۰۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min} - 0/1$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8$  میلی گرم بنزین باشد انجام دهید.

۸۰۳- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک بنزین را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

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

۴۹۸-  $1\text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۶۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۱۰ میلی گرم بنزین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از نمونه بالک بنزین در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم بنزین).

۴۶۳- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

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

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از نمونه بالک بنزین را مستقیماً 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 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 میلی گرم بنزین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۶۴- 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:**

۴۲۶- 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.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): بنزین
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید یا تولوئن
  - حجم تزریق: ۵  $\mu\text{L}$  (برای ستون موئین  $1 - 0.1 \mu\text{L}$ )
  - دمای تزریق:  $250 - 200^\circ\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $300 - 250^\circ\text{C}$
  - دمای ستون:  $250^\circ\text{C} - 5$  ( $8^\circ\text{C}/\text{min}$ )
  - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ( $30 \text{ mL}/\text{min}$ )
  - ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)
- نکته ۱: 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.
- ۴۲۷- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک بنزین را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۱۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) بنزین 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.

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

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



Coal tar naphtha	قطران ذغال سنگ
CAS: 8030-30-6	فرمول شیمیایی: C <sub>8</sub> -C <sub>10</sub>
RTECS: DE3030000	اسامی مترادف: -
ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش °C ۱۹۰-۱۱۰؛ فشار بخار کمتر از ۵ mmHg (۰/۷ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۸۹ g/mL - ۰/۸۶ در °C ۱۵	
OSHA: 400 mg/m <sup>3</sup> (100 ppm)	حدمجاز:
ACGIH: 400 mg/m <sup>3</sup> (100 ppm)	
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b>	
۹۲۴- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب	
نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد.	
۹۲۵- نمونه بالک قطران ذغال سنگ	
۹۲۶- نیتروژن یا هلیوم، خالص	
۹۲۷- هیدروژن، خالص	
۹۲۸- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	
۱۳۰۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

۱۳۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۰۸- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۰۹- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۱۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های

مناسب؛ با درجه بندی  $0.1$  میکرولیتری

۱۳۱۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۱۲- پیپت ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۸۰۵- 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.

۸۰۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0.5$  تا  $8$  میلی گرم قطران ذغال سنگ باشد انجام دهید.

۸۰۷- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک قطران ذغال سنگ را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

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

۵۰۱-  $1 \text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۶۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.1$  تا  $10$  میلی گرم قطران ذغال سنگ

- را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک قطران ذغال سنگ در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم قطران ذغال سنگ).
- ۴۶۶- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک قطران ذغال سنگ را مستقیماً 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 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 میلی گرم قطران ذغال سنگ بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۶۷- 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:

- ۴۲۸- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): قطران ذغال سنگ

<p>- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید</p> <p>- حجم تزریق: ۵ μL (برای ستون موئین ۱-۰/۱)</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰ - ۲۰۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۲۵۰ - ۵ (°C/min)</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)</p> <p>- ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)</p> <p>نکته ۱: اگر سطح پیک بالتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.</p> <p>۴۲۹- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک قطران ذغال سنگ را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۲۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) قطران ذغال سنگ موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۲۱- محاسبه غلظت (C) قطران ذغال سنگ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$

kerosene	نفت چراغ
8008-20-6 :CAS OA5500000 : RTECS	فرمول شیمیایی: C <sub>9</sub> -C <sub>16</sub> اسامی مترادف: نفت سفید ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش °C ۳۲۵-۱۷۵؛ دانسیته ۰/۸ g/mL در ۱۵ °C
OSHA:-	NIOSH:- ACGIH: 100 mg/m <sup>3</sup>
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۲۹- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد. ۹۳۰- نمونه بالک نفت چراغ ۹۳۱- نیتروژن یا هلیوم، خالص ۹۳۲- هیدروژن، خالص ۹۳۳- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۳۱۳- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

<p>۱۳۱۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی <math>0.2 \text{ L/min}</math> - <math>0.01</math>، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف</p> <p>۱۳۱۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون</p> <p>۱۳۱۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE</p> <p>۱۳۱۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی <math>0.1</math> میکرولیتری</p> <p>۱۳۱۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری</p> <p>۱۳۱۹- پیپت ۱۰ میلی لیتری</p>
<p><b>نمونه برداری:</b></p> <p>۸۰۸- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.</p> <p>۸۰۹- 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.</p> <p>۸۱۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین <math>0.2 \text{ L/min}</math> - <math>0.01</math> برای حجم نمونه ای که حاوی <math>0.5</math> تا <math>8</math> میلی گرم نفت چراغ باشد انجام دهید.</p> <p>۸۱۱- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک نفت چراغ را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.</p>
<p><b>آماده سازی:</b></p> <p>۵۰۳- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.</p> <p>۵۰۴- <math>1 \text{ mL}</math> حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.</p> <p>۵۰۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.</p>
<p><b>کالیبراسیون و کنترل کیفی:</b></p> <p>۴۶۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی <math>0.1</math> تا <math>10</math> میلی گرم نفت چراغ را در</p>

- هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت چراغ در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم نفت چراغ).
  - ۴۶۹- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک نفت چراغ را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
  - درپوش و بال 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 استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم نفت چراغ بازیافت شده ترسیم کنید.
  - ۴۷۰- 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:

- ۴۳۰- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نفت چراغ
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید

<p>- حجم تزریق: ۵ μL (برای ستون موئین ۱-۰/۱)</p> <p>- دمای تزریق: ۲۵۰-۲۰۰ °C</p> <p>- دمای آشکارساز: ۲۵۰-۳۰۰ °C</p> <p>- دمای ستون: ۲۵۰-۵ (°C/min ۸)</p> <p>- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)</p> <p>- ستون: شیشه ای SP-2100 on Supelcoport 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)</p> <p>نکته ۱: 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.</p> <p>۴۳۱- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت چراغ را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.</p>
<p><b>مداخله گرها:</b> اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.</p>
<p><b>محاسبات:</b></p> <p>۳۲۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت چراغ موجود در بخش جلویی (<math>W_f</math>) و عقبی (<math>W_b</math>) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (<math>B_f</math>) و عقبی (<math>B_b</math>) نمونه شاهد را محاسبه کنید.</p> <p>نکته: اگر <math>W_b &gt; W_f/10</math>، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.</p> <p>۳۲۳- محاسبه غلظت (C) نفت چراغ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:</p> $C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b) \cdot 10^3}{V}, \text{ mg/m}^3$



Petroleum naphtha	نفت خام
8002-05-9 :CAS SE7449000 : RTECS	فرمول شیمیایی: C <sub>6</sub> -C <sub>8</sub> اسامی مترادف: Petroleum distillates mixture <b>ویژگی ها:</b> گستره جوش °C ۲۳۸ - ۳۰؛ فشار بخار ۴۰ mmHg (۵ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۸ - ۰/۶ در °C ۱۵
<b>حدمجاز:</b> OSHA: 2000 mg/m <sup>3</sup> NIOSH: - ACGIH: 350 mg/m <sup>3</sup> , 1800 mg/m <sup>3</sup> C	
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۳۴- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد. نکته: می توانید از تولوئن بجای کربن دی سولفید استفاده کنید. ۹۳۵- نمونه بالک نفت خام ۹۳۶- نیتروژن یا هلیوم ، خالص ۹۳۷- هیدروژن، خالص ۹۳۸- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۳۲۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{L}/\text{min}$  نباید از  $3/4\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۲۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2\text{ L}/\text{min}$  -  $0/01$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۳۲۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

۱۳۲۳- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۲۴- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های

مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری

۱۳۲۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۲۶- پیپت ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

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

۸۱۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L}/\text{min}$  -  $0/01$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8$  میلی گرم نفت خام باشد انجام دهید.

۸۱۵- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک نفت خام را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

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

۵۰۷-  $1\text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۷۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۱ تا ۱۰ میلی گرم نفت خام را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت خام در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم نفت خام).
- ۴۷۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک نفت خام را مستقیماً 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 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 میلی گرم نفت خام باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۷۳- 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:

- ۴۳۲- 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.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نفت خام
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید یا تولوئن
  - حجم تزریق: ۵ μL (برای ستون موئین ۱-۰/۱)
  - دمای تزریق: ۲۵۰ - ۲۰۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۲۵۰ - ۵ (۸ °C/min)
  - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
  - ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)
- نکته ۱: 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.
- ۴۳۳- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت خام را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۲۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت خام موجود در بخش جلویی عقبی ( $W_f$ ) 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.

۳۲۵- محاسبه غلظت (C) نفت خام در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

kerosine	نفت سفید
CAS: 8008-20-6 RTECS: OA5500000	فرمول شیمیایی: C <sub>9</sub> -C <sub>16</sub> اسامی مترادف: نفت چراغ ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش °C ۳۲۵-۱۷۵؛ دانسیته ۰/۸ g/mL در ۱۵ °C
OSHA:-	NIOSH:- ACGIH: 100 mg/m <sup>3</sup>
<b>احتیاطات ویژه:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۳۹- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۱٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد. ۹۴۰- نمونه بالک نفت سفید ۹۴۱- نیتروژن یا هلیوم، خالص ۹۴۲- هیدروژن، خالص ۹۴۳- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۳۲۷- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی دو بخش ذغال 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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

۱۳۲۸- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۳۲۹- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۳۰- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۳۱- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های

مناسب؛ با درجه بندی  $0.1$  میکرولیتری

۱۳۳۲- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۳۳- پیپت ۱۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۸۱۷- 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.

۸۱۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0.5$  تا  $8$  میلی گرم نفت سفید باشد انجام دهید.

۸۱۹- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. ۵ تا ۱۰ میلی لیتر نمونه بالک نفت سفید را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

### آماده سازی:

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

۵۱۰-  $1 \text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۷۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.1$  تا  $10$  میلی گرم نفت سفید را در

- هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت سفید در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با حلال 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 (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم نفت سفید).
- ۴۷۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بیج از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک نفت سفید را مستقیماً 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 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 میلی گرم نفت سفید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۷۶- 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:

- ۴۳۴- 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.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نفت سفید
  - جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید

- حجم تزریق: ۵  $\mu\text{L}$  (برای ستون موئین ۱-۰/۱)
  - دمای تزریق: ۲۵۰-۲۰۰  $^{\circ}\text{C}$
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰-۳۰۰  $^{\circ}\text{C}$
  - دمای ستون: ۲۵۰-۵  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$  (۸)
  - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
  - ستون: شیشه ای SP-2100 on Supelcoport 10% یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)
- نکته ۱: 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.
- ۴۳۵- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت سفید را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گرها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۲۶- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت سفید 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.

۳۲۷- محاسبه غلظت (C) نفت سفید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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



## الف-۱۳- سایر بخارات آلی

formic acid	اسیدفرمیک
64-18-6: CAS	فرمول شیمیایی: HCOOH
LQ4900000: RTECS	وزن مولکولی: ۴۶/۰۳
اسامی مترادف: هیدروژن کربوکسیلیک اسید؛ متانوئیک اسید	
ویژگی ها: مایع، بیرنگ، دارای بوی تند ادویه؛ دانسیته $1/22 \text{ g/mL}$ در $20^\circ \text{C}$ ؛ نقطه جوش $107^\circ \text{C}$ ؛ فشار بخار $33 \text{ mmHg}$ ( $4/7 \text{ kPa}$ ) در $20^\circ \text{C}$	
NIOSH: 5 ppm	ACGIH: 5 ppm OSHA: 5 ppm
حد مجاز:	
احتیاطات ویژه:	
باید از میزان خطر هر کدام از مواد شیمیایی مورد استفاده آگاه بوده و از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کنید. با مواد شیمیایی خطرناک در زیر هود کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS	
۲- آب مقطر دیونیزه	
۳- هیدروکسید سدیم، ۵۰٪ (وزنی/حجمی)	
۴- محلول استخراج، $\text{NH}_4\text{OH}$ ۰/۲ مولار	
۵- حلال: $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ ۲/۵ میلی مولار؛ $3/82$ گرم $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ را در ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه با خلوص بالا حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای محلول را فیلتر کنید.	
۶- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۲۵ میلی نرمال	
۷- محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون فرمات): $0/1511$ گرم سدیم فرمات (به مدت ۴ ساعت در دمای $110^\circ \text{C}$ خشک شده و در دسیکاتور نگهداری شود) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.	

۸- اسیدفرمیک ، ۸۸٪ یا ۹۵٪

۹- دی اکسان (در صورت لزوم)

۱۰-  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۰/۱ مولار؛ ۱۴۵ گرم  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  را در ۴ لیتر آب مقطر حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای بزرگتر از ۱ میکرون محلول را فیلتر کنید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۰ cm ، قطر خارجی ۷ mm و قطر داخلی ۴ mm ، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (۴۰۰ میلی گرم بخش جلویی و ۲۰۰ میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه ضخیم فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۵ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی 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 (ORBO-53, Supelco) یا انواع مشابه). پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE) ۲۵ میلی متری ، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خخل و فرج دار

۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۰۵ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE.

۳- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی ، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۴- ویال پلی اتیلنی، ۲۰ میلی لیتری، با در پوش پلاستیکی

۵- سرنگ های پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری

۶- فیلتر های سرنگ، ۱۳ میلی متری و پورسایز ۰/۴۵ میکرونی

۷- میکرو پیپت مصرفی

۸- پیپت، ۱۰ میلی لیتری، با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری

۹- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۱۰- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری

**نمونه برداری:**

- ۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۶- قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً شکسته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.5$  L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۴ لیتر انجام دهید.
- ۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

**آماده سازی:**

- ۱- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه فایبر گلاس) و عقبی لوله نمونه بردار را در ویال های پلاستیکی ۲۰ میلی لیتری جداگانه ای قرار دهید. می توانید از یک میله شیشه ای برای بیرون راندن محتوی لوله استفاده کنید. لایه فوم را دور بیندازید.
- ۲- ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.
- ۳- به مدت ۱۰ دقیقه نمونه ها را در آب جوش گرم کنید، سپس آن را خنک کرده و زمانی که اسید فرمیک واجذب شد آن را آنالیز کنید.
- ۴- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن با ویال اتوسمپلر، بخشی از نمونه را به سرنگ مجهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۲ تا ۱۰۰ میکروگرم از آنیون فرمات را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در به لوله های جاذب انتقال دهید.
- عمل واجذب را مانند نمونه های اصلی انجام دهید.
- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم فرمیک اسید در ۱۰mL نمونه).
- نکته: ضریب تبدیل مقابل را بکار گیرید:  
 $1 \mu\text{g formate} = 1.022 \mu\text{g formic acid}$
- ۲ میزان بازیافت را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک راندمان واجذب را به بخش جلویی لوله جاذب انتقال دهید.
- نمونه را همانند نمونه های اصلی آنالیز کنید.
- نموداری از بازیافت در برابر میکروگرم فرمیک اسید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۳ 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:

- ۱ یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون فرمات
  - حلال:  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۲/۵ میلی مولار (۲ mL/min)
  - جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه
  - حجم تزریق: ۵۰  $\mu\text{L}$
  - ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator
- ۲ ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی ۳-۲ mL نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.
- نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۰/۱ مولار بشوئید.
- ۳ ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

## مداخله گرها: -

## محاسبات:

- ۱- جرم بر حسب میکروگرم فرمیک اسید موجود در قسمت جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون 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.
- ۲- محاسبه غلظت ( $C$ ) اسیدفرمیک در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

azabenzene	آزابنزن
CAS: 110-86-1 RTECS: UR8400000	فرمول شیمیایی: $C_5H_5N$ وزن مولکولی: ۷۹/۱ اسامی مترادف: پیریدین؛ آزابنزن ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $115^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $-42^{\circ}C$ ؛ فشار بخار (mmHg) ۱۸ (kPa) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0.982 g/mL$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۲/۴ درصد حجمی در هوا
OSHA: 5 ppm	حدمجاز: NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide ACGIH: 5 ppm
	<b>احتیاطات ویژه:</b> آزابنزن در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و چشم می تواند موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی شود، همچنین میتواند آسیب کبدی و کلیوی را به همراه داشته باشد. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است.
	<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۴۴- متیلن کلراید ( $CH_2Cl_2$ )؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۴۵- آزابنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۴۶- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۴۷- محلول استوک راندمان واجذب، $300 mg/mL$ ؛ ۳ گرم (معادل ۳/۱ میلی لیتر) آزابنزن را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید. ۹۴۸- نیتروژن، خالص ۹۴۹- هیدروژن، خالص ۹۵۰- هوا، تصفیه شده و فشرده
	<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۳۳۴- 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 محتوی 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.

۱۳۳۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۳۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۳۷- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۳۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۳۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۴۰- پیپت ۱ میلی لیتری

۱۳۴۱- ترازو آزمایشگاهی

### نمونه برداری:

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

۸۲۱- 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.

۸۲۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱۸ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۵۱۳- ۱ 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.  
 ۵۱۴- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۷۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۳ تا ۴/۵ میلی گرم آزابتزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آزابتزن را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.
  - نکته: در صورت لزوم می توانید با رقیق سازی مرحله ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره ۴/۵ mg/mL - ۰/۰۲ آماده 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 پیک در برابر میلی گرم آزابتزن).
- ۴۷۸- 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 شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب را مستقیماً 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 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 میلی گرم آزابتزن باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۷۹- 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:**

۴۳۶- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آزابنزن

- جداساز: ۱ mL متیلن کلراید

- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L

- دمای تزریق: ۲۶۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۸۵ °C

- دمای ستون: ۱۴۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۳۷- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها: -****محاسبات:**

۳۲۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آزابنزن 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  $W_b > 10 W_f$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

آزین	azine
<p>فرمول شیمیایی: <math>C_5H_5N</math></p> <p>وزن مولکولی: ۷۹/۱</p> <p>اسامی مترادف: پیریدین؛ آزابنزن</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش <math>115^{\circ}C</math>؛ نقطه ذوب <math>-42^{\circ}C</math>؛ فشار بخار ۱۸ mmHg</p> <p>(۲/fkPa) در <math>20^{\circ}C</math>؛ دانسیته ۰/۹۸۲ g/mL در <math>20^{\circ}C</math>؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۲/۴ درصد حجمی در هوا</p>	<p>CAS: 110-86-1</p> <p>RTECS: UR8400000</p>
<p>حدمجاز: NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide</p> <p>OSHA: 5 ppm</p> <p>ACGIH: 5 ppm</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>آزین در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و چشم می تواند موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی شود، همچنین میتواند آسیب کبدی و کلیوی را به همراه داشته باشد. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۵۱- متیلن کلراید (<math>CH_2Cl_2</math>)؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۹۵۲- آزین؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۹۵۳- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۹۵۴- محلول استوک راندمان واجذب، ۳۰۰ mg/mL؛ ۳ گرم (معادل ۳/۱ میلی لیتر) آزین را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید.</p> <p>۹۵۵- نیتروژن، خالص</p> <p>۹۵۶- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۵۷- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۳۴۲- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که</p>	

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 محتوی 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.

۱۳۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۳۴۴- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۴۵- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۴۶- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۴۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۴۸- پیپت ۱ میلی لیتری

۱۳۴۹- ترازو آزمایشگاهی

### نمونه برداری:

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

۸۲۵- 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.

۸۲۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱۸ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۵۱۶- ۱ mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.  
 نکته: در این مرحله می‌توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند تولوئن را نیز اضافه کنید.  
 ۵۱۷- ویال‌ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۸۰- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۳ تا ۴/۵ میلی گرم آازین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آازین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.
  - نکته: در صورت لزوم می‌توانید با رقیق سازی مرحله ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره ۴/۵ mg/mL - ۰/۰۲ آماده 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 پیک در برابر میلی گرم آازین).
- ۴۸۱- 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 شاهد آماده کنید.
- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب را مستقیماً 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 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 میلی گرم آازین باز یافت شده ترسیم کنید.
- ۴۸۲- 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:**

۴۳۸- 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آزین

- جداساز: ۱ mL متیلن کلراید

- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L

- دمای تزریق: ۲۶۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۸۵ °C

- دمای ستون: ۱۴۰ °C

- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۳۹- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها: -****محاسبات:**

۳۳۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آزین 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.

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

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

pyridine	پیریدین
CAS: 110-86-1	فرمول شیمیایی: $C_5H_5N$
RTECS: UR8400000	وزن مولکولی: ۷۹/۱
	اسامی مترادف: آزین؛ آزابنزن
	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $115^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $-42^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $18\text{ mmHg}$ ( $2/fkPa$ ) در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $0.982\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ گستره انفجار $1/8$ تا $12/4$ درصد حجمی در هوا
OSHA: 5 ppm	حد مجاز: NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide ACGIH: 5 ppm
	<b>احتیاطات ویژه:</b> پیریدین در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و چشم می تواند موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی شود، همچنین میتواند آسیب کبدی و کلیوی را به همراه داشته باشد. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است.
	<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۵۸- متیلن کلراید ( $CH_2Cl_2$ )؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۵۹- پیریدین؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۶۰- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۶۱- محلول استوک راندمان واجذب، $300\text{ mg/mL}$ ؛ $3$ گرم (معادل $3/1$ میلی لیتر) پیریدین را وزن کرده و در بالن ژوژه $10$ میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید. ۹۶۲- نیتروژن، خالص ۹۶۳- هیدروژن، خالص ۹۶۴- هوا، تصفیه شده و فشرده
	<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> ۱۳۵۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول $7\text{ cm}$ ، قطر خارجی $6\text{ mm}$ و قطر داخلی $4\text{ mm}$ ؛ 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 محتوی 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.

۱۳۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۱ L/min - ۰/۰۱، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف

۱۳۵۲- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۵۳- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۵۴- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۵۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۵۶- پیپت ۱ میلی لیتری

۱۳۵۷- ترازو آزمایشگاهی

### نمونه برداری:

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

۸۲۹- 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.

۸۳۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۱ L/min - ۰/۰۱ برای عبور حجم هوای ۱۸ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

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

### آماده سازی:

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

۵۱۹- ۱ 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.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۸۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۳ تا ۴/۵ میلی گرم پیریدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از پیریدین را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.

نکته: در صورت لزوم می توانید با رقیق سازی مرحله ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره ۴/۵ mg/mL - ۰/۰۲ آماده 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 پیک در برابر میلی گرم پیریدین).

۴۸۴- 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 شاهد آماده کنید.

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

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲ تا ۲۰ میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب را مستقیماً 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 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 میلی گرم پیریدین بازیافت شده ترسیم کنید.

۴۸۵- 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:**

۴۴۰- 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.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): پیریدین
- جداساز: ۱ mL متیلن کلراید
- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L
- دمای تزریق: ۲۶۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۸۵ °C
- دمای ستون: ۱۴۰ °C
- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۴۱- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها: -****محاسبات:**

۳۳۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پیریدین 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.

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

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

tetrahydrofuran	تتراهیدروفوران
<p>CAS: 109-99-9</p> <p>RTECS: LU5950000</p>	<p>فرمول شیمیایی: C<sub>4</sub>H<sub>8</sub>O</p> <p>وزن مولکولی: ۷۲/۱۱</p> <p>اسامی مترادف: دی اتیلن اکساید؛ THF</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۶۶؛ نقطه ذوب °C ۱۰۸-؛ فشار بخار ۱۴۵ mmHg (۱۹/۳ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۰/۸۸۶ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۲ تا ۱۱/۸ درصد حجمی در هوا</p>
<p>OSHA: 200 ppm</p> <p>NIOSH: 200 ppm; 250 ppm STEL</p> <p>ACGIH: 200 ppm; 250 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
	<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>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.</p>
	<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۹۶۵- کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۹۶۶- تتراهیدروفوران؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>۹۶۷- نیتروژن، خالص</p> <p>۹۶۸- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۶۹- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>
	<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۳۵۸- 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</p>

- ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{L}/\text{min}$  نباید از  $3/4\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۳۵۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 - 0/1\text{ L}/\text{min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۳۶۰- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۳۶۱- ویال های شیشه ای، ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۳۶۲- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری
- ۱۳۶۳- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۳۶۴- پیپت  $0/5$  میلی لیتری

#### نمونه برداری:

- ۸۳۲- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- ۸۳۳- 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.
- ۸۳۴- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2 - 0/1\text{ L}/\text{min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۹ لیتر انجام دهید.
- ۸۳۵- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۵۲۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵۲۲-  $0/5\text{ mL}$  کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۵۲۳- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۸۶- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0/05$  تا  $13$  میلی گرم تتراهیدروفوران

<p>را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- مقدار مشخصی از تتراهیدروفوران را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غلظت های در گستره ۰/۱ - ۲۶ mg/mL - ۰/۱ تتراهیدروفوران به حجم برسانید.</li> <li>- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).</li> <li>- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم تتراهیدروفوران).</li> </ul> <p>۴۸۷- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.</p> <ul style="list-style-type: none"> <li>- بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.</li> <li>- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از تتراهیدروفوران یا محلول استاندارد تتراهیدروفوران در کربن دی سولفید را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.</li> <li>- درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.</li> <li>- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).</li> <li>- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم تتراهیدروفوران بازیافت شده ترسیم کنید.</li> </ul> <p>۴۸۸- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.</p>
<p style="text-align: right;"><b>اندازه گیری:</b></p> <p>۴۴۲- 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.</p>

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تتراهیدروفوران
- جداساز: ۰/۵ mL کربن دی سولفید
- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L
- دمای تزریق: ۱۹۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
- دمای ستون: ۱۸۵ °C
- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۴۳- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گر ها:** در رطوبت های بالا ممکن است ظرفیت نمونه بردار کاهش یافته و در غلظت های پایین تر شاهد نشت نمونه باشید. ممکن است ستون برای تعداد زیاد نمونه ها مناسب نباشد. کربن دی سولفید برخی از پلیمر های متخلخل را در خود حل می کند.

#### محاسبات:

۳۳۴- 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.

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

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

diethylene oxide	دی اتیلن اکساید
<p>CAS: 109-99-9 RTECS: LU5950000</p>	<p>فرمول شیمیایی: <math>C_4H_8O</math> وزن مولکولی: ۷۲/۱۱ اسامی مترادف: تتراهدرو فوران؛ THF ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش <math>66^{\circ}C</math>؛ نقطه ذوب <math>108^{\circ}C-</math>؛ فشار بخار ۱۴۵ mmHg (۱۹/۳ kPa) در <math>20^{\circ}C</math>؛ دانسیته ۰/۸۸۶ g/mL در <math>20^{\circ}C</math>؛ گستره انفجار ۲ تا ۱۱/۸ درصد حجمی در هوا</p>
<p>OSHA: 200 ppm NIOSH: 200 ppm; 250 ppm STEL ACGIH: 200 ppm; 250 ppm STEL</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>دی اتیلن اکساید 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.</p>	<p>احتیاطات ویژه:</p>
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۷۰- کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۷۱- دی اتیلن اکساید؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۷۲- نیتروژن، خالص ۹۷۳- هیدروژن، خالص ۹۷۴- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	<p>مواد و محلولهای لازم:</p>
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۳۶۵- 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</p>	<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p>

۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1 \text{ L/min}$  نباید از  $3/4 \text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۶۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۶۷- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۶۸- ویال های شیشه ای، ۱ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۶۹- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۷۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۷۱- پیپت ۰/۵ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

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

۸۳۸- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2 - 0/1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۹ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۵۲۵-  $0/5 \text{ mL}$  کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۸۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0/05 - 13$  میلی گرم دی اتیلن اکساید

- را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از دی اتیلن اکساید را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غلظت های در گستره  $۲۶ \text{ mg/mL} - ۰/۱$  دی اتیلن اکساید به حجم برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم دی اتیلن اکساید).
  - ۴۹۰- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله ۱ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
  - بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۱ تا ۲۰ میکرولیتر) از دی اتیلن اکساید یا محلول استاندارد دی اتیلن اکساید در کربن دی سولفید را مستقیماً 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 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 میلی گرم دی اتیلن اکساید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۹۱- 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:

- ۴۴۴- 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.



- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دی اتیلن اکساید
- جداساز: ۰/۵ mL کربن دی سولفید
- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L
- دمای تزریق: ۱۹۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
- دمای ستون: ۱۸۵ °C
- گاز حامل: نیتروژن (۳۰ mL/min)
- ستون: فولاد ضدزنگ

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.

۴۴۵- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گر‌ها:** در رطوبت های بالا ممکن است ظرفیت نمونه بردار کاهش یافته و در غلظت های پایین تر شاهد نشن نمونه باشید. ممکن است ستون برای تعداد زیاد نمونه ها مناسب نباشد. کربن دی سولفید برخی از پلیمرهای متخلخل را در خود حل می کند.

#### محاسبات:

۳۳۶- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی اتیلن اکساید 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 نشن کرده و نمونه از دست می رود.

۳۳۷- محاسبه غلظت (C) دی اتیلن اکساید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

dithiocarbonic anhydride	دی تیوکربنیک انیدرید
<p>CAS : 75-15-0</p> <p>RTECS : FF6650000</p> <p>اسامی مترادف: کربن دی سولفید</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۴۶/۵؛ نقطه ذوب °C ۱۱۲-؛ فشار بخار mmHg ۳۰۰ (۴۰ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته g/mL ۱/۲۶۳ در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۱ تا ۵۰ درصد حجمی در هوا</p>	<p>فرمول شیمیایی: CS<sub>2</sub></p> <p>وزن مولکولی: ۷۶/۱۴</p>
<p>OSHA: 20 ppm; 30 ppm C</p> <p>NIOSH: 1 ppm; 10 ppm STEL (skin)</p> <p>ACGIH: 10 ppm (skin)</p>	<p>حدمجاز:</p>
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>دی تیوکربنیک انیدرید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار و حریق است (نقطه اشتعال ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۷۵- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۹۷۶- دی تیوکربنیک انیدرید؛ خلوص کروماتوگرافی</p> <p>۹۷۷- محلول استوک کالیبراسیون، ۰/۰۲۵۳ mg/μL؛ ۰/۲۵۳ گرم (معادل ۰/۲ میلی لیتر در °C ۲۰) دی تیوکربنیک انیدرید را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p> <p>۹۷۸- اکسیژن، خالص</p> <p>۹۷۹- نیتروژن یا هلیوم، خالص</p> <p>۹۸۰- هیدروژن، خالص</p>	

۹۸۱- هوا، تصفیه شده و فشرده

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۳۷۲- نمونه بردار:

a- لوله رطوبت گیر: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی ۲۷۰ میلی گرم سدیم سولفات بی آب گرانوله که بین ۲ لایه پشم شیشه قرار گرفته است. ظرفیت این لوله در این حد است که می تواند رطوبت ۶ لیتر هوای اشباع (RH=100%) را در ۲۲ °C بگیرد.

b- جاذب: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm و قطر خارجی ۶ 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 محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min نباید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند

۱۳۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ L/min - ۰/۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۷۴- لوله های PTFE با قطر داخلی ۵ mm

۱۳۷۵- کیسه ها یخ، صفر درجه سانتیگراد

۱۳۷۶- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-فوتومتریک، فیلتر مخصوص گوگرد، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۷۷- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۷۸- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۷۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۸۰- پیپت برگشتی، ۱ تا ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

**نمونه برداری:**

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

۸۴۱- 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. توسط یک لوله PTFE ۲۰ میلی متری، لوله رطوبت گیر را به بخش جلویی لوله جاذب وصل کنید.

۸۴۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

نکته: اگر رطوبت به اندازه کافی پایین باشد می توانید نمونه برداری را در دبی  $1 \text{ L/min}$  نیز انجام دهید.

۸۴۳- در هنگام انتقال نمونه ها بگذارید لوله رطوبت گیر به لوله جاذب متصل بماند. برای جلوگیری از انتقال دی تیوکربنیک انیدرید به بخش عقبی لوله جاذب، نمونه ها را خنک نگه دارید (صفر درجه سانتیگراد). درپوش انتهایی باز نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها، آن ها را به دور از هر گونه منبع دی تیوکربنیک انیدرید نگه دارید.

**آماده سازی:**

۵۲۷- لوله رطوبت گیر را جدا کرده و دور بیندازید. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله جاذب را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۵۲۸-  $1 \text{ mL}$  از تولوئن 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.

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

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها و استانداردها، آن ها را به دور از هر گونه منبع دی تیوکربنیک انیدرید نگه دارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۹۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ی ۱۰ میلی لیتری برای تهیه غلظت هایی در گستره  $0.5 - 0.02 \text{ mg/mL}$  دی تیوکربنیک انیدرید، با تولوئن به حجم برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید <sup>(۱۲)</sup> [مساحت پیک] در برابر میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید.

نکته: آشکارساز شعله ای-فوتومتریک گستره خطی کمی دارد. ممکن است استانداردهای کاربردی بیشتری مورد نیاز باشد.

۴۹۳- 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.

- 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 کالیبراسیون را مستقیماً 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 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 میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید بازیافت شده ترسیم کنید.

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

نکته: در غلظت های پایین (کمتر از ۰/۱ میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید در هر نمونه)، راندمان واجذب ممکن است کم و متغیر باشد.

### اندازه گیری:

۴۴۶- 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.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سولفور (گوگرد)

- جداساز: ۱ mL تولوئن

- حجم تزریق: ۵  $\mu$ L

- دمای تزریق: ۱۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۱۴۵ °C

- دمای ستون: ۳۰ °C

- زمان ماند برای دی تیوکربنیک انیدرید: ۳۰ دقیقه (با برنامه ریزی دمایی می توان این زمان را کاهش داد)

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۰ mL/min)

- ستون: شیشه ای (GasChrom یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، بخشی از نمونه واجذب شده را با تولوئن رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۴۷- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** بخار آب یک مداخله گر بالقوه است که توسط لوله رطوبت گیر حذف می شود.

### محاسبات:

۳۳۸- جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی تیوکربنیک انیدرید موجود در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی

(B<sub>b</sub>) 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.

۳۳۹- محاسبه غلظت (C) دی تیو کربنیک انیدرید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر

حسب لیتر:

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

Carbon disulfide	کربن دی سولفید
75-15-0 :CAS FF6650000 : RTECS	فرمول شیمیایی: CS <sub>2</sub> وزن مولکولی: ۷۶/۱۴
<p>اسامی مترادف: دی تیو کربنیک انیدرید</p> <p>ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش °C ۴۶/۵؛ نقطه ذوب °C ۱۱۲-؛ فشار بخار ۳۰۰ mmHg (۴۰ kPa) در °C ۲۰؛ دانسیته ۱/۲۶۳ g/mL در °C ۲۰؛ گستره انفجار ۱ تا ۵۰ درصد حجمی در هوا</p>	
<p>OSHA: 20 ppm; 30 ppm C NIOSH: 1 ppm; 10 ppm STEL (skin) ACGIH: 10 ppm (skin)</p> <p>حدمجاز:</p>	
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>کربن دی سولفید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار و حریق است (نقطه اشتعال ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود با آن کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۹۸۲- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۸۳- کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۸۴- محلول استوک کالیبراسیون، ۰/۲۵۳ mg/μL؛ ۰/۲۵۳ گرم (معادل ۰/۲ میلی لیتر در °C ۲۰) کربن دی سولفید را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</p> <p>۹۸۵- اکسیژن، خالص ۹۸۶- نیتروژن یا هلیوم، خالص ۹۸۷- هیدروژن، خالص ۹۸۸- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>	
<p>وسایل و تجهیزات لازم:</p> <p>۱۳۸۱- نمونه بردار:</p>	



c- لوله رطوبت گیر: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ حاوی ۲۷۰ میلی گرم سدیم سولفات بی آب گرانوله که بین ۲ لایه پشم شیشه قرار گرفته است. ظرفیت این لوله در این حد است که می تواند رطوبت ۶ لیتر هوای اشباع (RH=100%) را در ۲۲ °C بگیرد.

d- جاذب: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm و قطر خارجی ۶ 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 محتوی 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

۱۳۸۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۱ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۸۳- لوله های PTFE با قطر داخلی ۵ mm

۱۳۸۴- کیسه ها یخ، صفر درجه سانتیگراد

۱۳۸۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-فوتومتریک، فیلتر مخصوص گوگرد، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۸۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۸۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری

۱۳۸۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۸۹- پیپت برگشتی، ۱ تا ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

### نمونه برداری:

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

۸۴۵- 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. توسط یک لوله PTFE ۲۰ میلی متری، لوله رطوبت گیر را به بخش جلویی لوله جاذب وصل کنید.

۸۴۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲ تا ۲۵ لیتر انجام دهید.

نکته: اگر رطوبت به اندازه کافی پایین باشد می توانید نمونه برداری را در  $1 \text{ L/min}$  نیز انجام دهید.

۸۴۷- در هنگام انتقال نمونه ها بگذارید لوله رطوبت گیر به لوله جاذب متصل بماند. برای جلوگیری از انتقال کربن دی سولفید به بخش عقبی لوله جاذب، نمونه ها را خنک نگه دارید (صفر درجه سانتیگراد). درپوش انتهایی باز نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها، آن ها را به دور از هر گونه منبع کربن دی سولفید نگه دارید.

#### آماده سازی:

۵۳۰- لوله رطوبت گیر را جدا کرده و دور بیندازید. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله جاذب را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

۵۳۱-  $1 \text{ mL}$  از تولوئن 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.

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

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها و استانداردها، آن ها را به دور از هر گونه منبع کربن دی سولفید نگه دارید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۹۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی  $0.05$  تا  $0.5$  میلی گرم کربن دی سولفید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ی  $10$  میلی لیتری برای تهیه غلظت هایی در گستره  $0.02 - 0.5 \text{ mg/mL}$  کربن دی سولفید، با تولوئن به

- حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید ( $1/2$  [مساحت پیک] در برابر میلی گرم کربن دی سولفید).
  - نکته: آشکارساز شعله ای-فوتومتریک گستره خطی کمی دارد. ممکن است استانداردهای کاربردی بیشتری مورد نیاز باشد.
- ۴۹۶- 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.
- 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 کالیبراسیون را مستقیماً 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 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 میلی گرم کربن دی سولفید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۴۹۷- سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
- نکته: در غلظت های پایین (کمتر از ۰/۱ میلی گرم کربن دی سولفید در هر نمونه)، راندمان واجذب ممکن است کم و متغیر باشد.

### اندازه گیری:

- ۴۴۸- 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.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سولفور (گوگرد)
  - جداساز: ۱ mL تولوئن
  - حجم تزریق: ۵ μL
  - دمای تزریق: ۱۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۱۴۵ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C
  - زمان ماند برای کربن دی سولفید: ۳۰ دقیقه (با برنامه ریزی دمایی می توان این زمان را کاهش داد)
  - گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۰ mL/min)
  - ستون: شیشه ای (GasChrom یا انواع مشابه)
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، بخشی از نمونه واجذب شده را با تولوئن رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۴۴۹- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** بخار آب یک مداخله گر بالقوه است که توسط لوله رطوبت گیر حذف می شود.

#### محاسبات:

۳۴۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) کربن دی سولفید 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.

۳۴۱- محاسبه غلظت (C) کربن دی سولفید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

methanoic acid	متانوئیک اسید
64-18-6 :CAS LQ4900000 :RTECS	فرمول شیمیایی: HCOOH وزن مولکولی: ۴۶/۰۳
<p>اسامی مترادف: هیدروژن کربوکسیلیک اسید؛ اسیدفرمیک</p> <p>ویژگی ها: مایع، بیرنگ، دارای بوی تند ادویه؛ دانسیته ۱/۲۲ g/mL در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۱۰۷ °C؛ فشار بخار ۳۳ mmHg (۴/۷ kPa) در ۲۰ °C</p>	
NIOSH: 5 ppm	ACGIH: 5 ppm OSHA: 5 ppm
<p>احتیاطات ویژه:</p> <p>باید از میزان خطر هر کدام از مواد شیمیایی مورد استفاده آگاه بوده و از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کنید. با مواد شیمیایی خطرناک در زیر هود کار کنید.</p>	
<p>مواد و محلولهای لازم:</p> <p>۱۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۱۲- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۱۳- هیدروکسید سدیم، ۵۰٪ (وزنی/حجمی)</p> <p>۱۴- محلول استخراج، NH<sub>4</sub>OH ۰/۲ مولار</p> <p>۱۵- حلال: Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10 H<sub>2</sub>O ۲/۵ میلی مولار؛ ۳/۸۲ گرم Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub> · 10 H<sub>2</sub>O را در ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه با خلوص بالا حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای محلول را فیلتر کنید.</p> <p>۱۶- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۲۵ میلی نرمال</p> <p>۱۷- محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون فرمات): ۰/۱۵۱۱ گرم سدیم فرمات (به مدت ۴ ساعت در دمای ۱۱۰ °C خشک شده و در دسیکاتور نگهداری شود) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.</p> <p>۱۸- متانوئیک اسید، ۸۸٪ یا ۹۵٪</p> <p>۱۹- دی اکسان (در صورت لزوم)</p>	

۲۰-  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۰/۱ مولار؛ ۱۴۵ گرم  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  را در ۴ لیتر آب مقطر حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای بزرگتر از ۱ میکرون محلول را فیلتر کنید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۱۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۷ mm و قطر داخلی ۴ mm، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (۴۰۰ میلی گرم بخش جلویی و ۲۰۰ میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه ضخیم فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۵ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی 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 (ORBO-53, Supelco) یا انواع مشابه). پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE) ۲۵ میلی متری، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار

۱۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۰۵ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE.

۱۳- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۱۴- ویال پلی اتیلنی، ۲۰ میلی لیتری، با در پوش پلاستیکی

۱۵- سرنگ های پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری

۱۶- فیلتر های سرنگ، ۱۳ میلی متری و پورسایز ۰/۴۵ میکرونی

۱۷- میکرو پیپت مصرفی

۱۸- پیپت، ۱۰ میلی لیتری، با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری

۱۹- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۲۰- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

۹- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

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

۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.5$  L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۴ لیتر انجام دهید.

۱۲- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

### آماده سازی:

۵- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه فایبر گلاس) و عقبی لوله نمونه بردار را در ویال های پلاستیکی ۲۰ میلی لیتری جداگانه ای قرار دهید. می توانید از یک میله شیشه ای برای بیرون راندن محتوی لوله استفاده کنید. لایه فوم را دور بیندازید.

۶- ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.  
۷- به مدت ۱۰ دقیقه نمونه ها را در آب جوش گرم کنید، سپس آن را خنک کرده و زمانی که اسید فرمیک واجذب شد آن را آنالیز کنید.

۸- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن با ویال اتوسمپلر، بخشی از نمونه را به سرنگ مجهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۲ تا ۱۰۰ میکروگرم از آنیون فرمات را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در به لوله های جاذب انتقال دهید.
- عمل واجذب را مانند نمونه های اصلی انجام دهید.
- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم متانوئیک اسید در ۱۰ mL نمونه).

نکته: ضریب تبدیل مقابل را بکار گیرید:  $1 \mu\text{g formate} = 1.022 \mu\text{g formic acid}$

- ۵- میزان بازیافت را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استوک راندمان واجذب را به بخش جلویی لوله جاذب انتقال دهید.
- نمونه را همانند نمونه های اصلی آنالیز کنید.
- نموداری از بازیافت در برابر میکروگرم متانویک اسید بازیافت شده ترسیم کنید.
- ۶- 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:

- ۴- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون فرمات
  - حلال:  $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5/2$  میلی مولار (۲ mL/min)
  - جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه
  - حجم تزریق:  $50 \mu\text{L}$
  - ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator
- ۵- ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی ۳-۲ mL نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.
- نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط  $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 1/8$  مولار بشوئید.
- ۶- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.
- نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گر ها: -



**محاسبات:**

۳- جرم بر حسب میکروگرم متانوئیک اسید موجود در قسمت جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون 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.

۴- محاسبه غلظت ( $C$ ) متانوئیک اسید در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

Hydrogen carboxylic acid	هیدروژن کربوکسیلیک اسید
<p>CAS: 64-18-6</p> <p>RTECS: LQ4900000</p>	<p>فرمول شیمیایی: HCOOH</p> <p>وزن مولکولی: ۴۶/۰۳</p> <p>اسامی مترادف: اسیدفرمیک؛ متانوئیک اسید</p> <p>ویژگی ها: مایع، بیرنگ، دارای بوی تند ادویه؛ دانسیته <math>1/22 \text{ g/mL}</math> در <math>20^\circ \text{C}</math>؛ نقطه جوش <math>107^\circ \text{C}</math>؛ فشار بخار <math>33 \text{ mmHg}</math> (۴/۷ kPa) در <math>20^\circ \text{C}</math></p>
NIOSH: 5 ppm	<p>حدمجاز: ACGIH: 5 ppm</p> <p>OSHA: 5 ppm</p>
<p><b>احتیاطات ویژه:</b></p> <p>باید از میزان خطر هر کدام از مواد شیمیایی مورد استفاده آگاه بوده و از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کنید. با مواد شیمیایی خطرناک در زیر هود کار کنید.</p>	
<p><b>مواد و محلولهای لازم:</b></p> <p>۲۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>۲۲- آب مقطر دیونیزه</p> <p>۲۳- هیدروکسید سدیم، ۵۰٪ (وزنی/حجمی)</p> <p>۲۴- محلول استخراج، <math>\text{NH}_4\text{OH}</math> ۰/۲ مولار</p> <p>۲۵- حلال: <math>\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}</math> ۲/۵ میلی مولار؛ <math>3/82</math> گرم <math>\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}</math> را در ۴ لیتر آب مقطر دیونیزه با خلوص بالا حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای محلول را فیلتر کنید.</p> <p>۲۶- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۲۵ میلی نرمال</p> <p>۲۷- محلول استوک کالبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون فرمات): ۱۵۱۱/۰ گرم سدیم فرمات (به مدت ۴ ساعت در دمای <math>110^\circ \text{C}</math> خشک شده و در دسیکاتور نگهداری شود) را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.</p> <p>۲۸- هیدروژن کربوکسیلیک اسید، ۸۸٪ یا ۹۵٪</p> <p>۲۹- دی اکسان (در صورت لزوم)</p>	

۳۰-  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۰/۱ مولار؛ ۱۴۵ گرم  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  را در ۴ لیتر آب مقطر حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای بزرگتر از ۱ میکرون محلول را فیلتر کنید.

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول ۱۰ cm، قطر خارجی ۷ mm و قطر داخلی ۴ mm، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۴۰/۲۰ مشی سیلیکاژل (۴۰۰ میلی گرم بخش جلویی و ۲۰۰ میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه ۴ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه ضخیم فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۵ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی 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 (ORBO-53, Supelco) یا انواع مشابه). پیش فیلتر پلی تترافلورو اتیلن (PTFE) ۲۵ میلی متری، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار

۲۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۲ - ۰/۰۵ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE.

۲۳- یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی، دستگاه ثبت نمودار و ستون

۲۴- ویال پلی اتیلنی، ۲۰ میلی لیتری، با در پوش پلاستیکی

۲۵- سرنگ های پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری

۲۶- فیلتر های سرنگ، ۱۳ میلی متری و پورسایز ۰/۴۵ میکرونی

۲۷- میکرو پیپت مصرفی

۲۸- پیپت، ۱۰ میلی لیتری، با درجه بندی ۰/۱ میلی لیتری

۲۹- پیپت ۲۰ میلی لیتری

۳۰- بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری

### نمونه برداری:

۱۳- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک

نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.

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

۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.5$  L/min برای عبور حجم هوای ۱ تا ۲۴ لیتر انجام دهید.

۱۶- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.

### آماده سازی:

۹- محتوی بخش جلویی (به همراه لایه فایبر گلاس) و عقبی لوله نمونه بردار را در ویال های پلاستیکی ۲۰ میلی لیتری جداگانه ای قرار دهید. می توانید از یک میله شیشه ای برای بیرون راندن محتوی لوله استفاده کنید. لایه فوم را دور ببندازید.

۱۰- ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.

۱۱- به مدت ۱۰ دقیقه نمونه ها را در آب جوش گرم کنید، سپس آن را خنک کرده و زمانی که اسید فرمیک واجذب شد آن را آنالیز کنید.

۱۲- برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن با ویال اتوسمپلر، بخشی از نمونه را به سرنگ مجهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ی ۲ تا ۱۰۰ میکروگرم از آنیون فرمات را در هر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در به لوله های جاذب انتقال دهید.

- عمل واجذب را مانند نمونه های اصلی انجام دهید.

- استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱-۳ اندازه گیری)

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم هیدروژن

کربوکسیلیک اسید در ۱۰ mL نمونه).

نکته: ضریب تبدیل مقابل را بکار گیرید:  $1 \mu\text{g formate} = 1.022 \mu\text{g formic acid}$

۸- میزان بازیافت را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک راندمان واجذب را به بخش جلویی لوله جاذب انتقال دهید.

- نمونه را همانند نمونه های اصلی آنالیز کنید.

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم هیدروژن کربوکسیلیک اسید بازیافت شده ترسیم کنید.

۹- 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:

۷- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون فرمات

- حلال:  $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 5/2$  میلی مولار (۲ mL/min)

- جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه

- حجم تزریق:  $50 \mu\text{L}$

- ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator

۸- ۵۰ میکرو لیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی ۲-۳ mL نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.

نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط  $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 1/8$  مولار بشوئید.

۹- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجدداً آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

## مداخله گرها: -

## محاسبات:

- ۵- جرم بر حسب میکروگرم هیدروژن کربوکسیلیک اسید موجود در قسمت جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) لوله شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون 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.
- ۶- محاسبه غلظت ( $C$ ) هیدروژن کربوکسیلیک اسید در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

## مراجع

1. [www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml](http://www.cds.gov/niosh/docs/2003-154/method-ihtml)  
Niosh manual of analytical methods
2. [www.worksafebc.com](http://www.worksafebc.com)  
Guide lines part 5-controlling exposure
3. [www.translationdirectory.com](http://www.translationdirectory.com)  
Common and trade names of chemical



Tehran University of Medical Sciences  
Institute for Environmental Research



Islamic Republic of Iran  
Ministry of Health and Medical Education  
Environmental and Occupational Health Center

# *A Guide to Recognition and Evaluation of Chemical Agents in the Work Environment*



Autumn 2012