



جمهوری اسلامی ایران  
وزارت بهداشت، دانش و آموزش پزشکی  
مرکز سلامت محظوظ کار



دانشگاه علوم پزشکی تهران  
پژوهشکده محیط زیست

جلد سوم

راهنمای شناسایی و ارزشسنجی

عوامل زیان آور سهیابی در محظوظ کار



الامارات، دسته‌العمل هاده اسندهای تخصصی مذکور است

صَلَّى اللّٰهُ عَلٰيْهِ وَسَلَّمَ





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



دانشگاه علوم پزشکی تهران  
پژوهشگاههای میتوانند

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

الزمات، دستورالعمل ها و رهنمودهای شخصی مرکز سلامت محیط و کار

مرکز سلامت محیط و کار  
پژوهشگاههای محیط زیست

پاییز ۱۳۹۱



شابک: ۹۷۸-۶۰۰-۵۵۲۸-۸۱-۷

نام کتاب: راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار

تئیه کننده پیش نویس: دکتر فریده گل بابایی

ناشر: پژوهشکده محیط زیست

نوبت چاپ: دوم

عنوان و نام پدیدآور: راهنمای شناسایی و ارزشیابی عوامل زیان آور شیمیایی در محیط کار؛ الزامات، دستورالعمل‌ها و رهنمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار / [تئیه کننده] مرکز سلامت محیط و کار، پژوهشکده محیط زیست دانشگاه علوم پزشکی تهران؛ کمیته فنی تدوین راهنمای عبدالرحمن بهرامی... [و دیگران].

مشخصات نشر: تهران: وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، معاونت بهداشتی، ۱۳۹۲.

مشخصات ظاهری: ۴۰۶ ص: مصور (رنگی)، جدول (رنگی)، نمودار (رنگی).

شابک: ۹۷۸-۶۰۰-۵۵۲۸-۸۱-۷

وضیعت فهرست نویسی: فیبا

کمیته فنی تدوین راهنمای عبدالرحمن بهرامی، فریده گل بابایی، نوشین راستکاری، فاضله کتابیون مدیری، فاطمه صادقی، فائزه ایزدپناه.

عنوان دیگر: الزامات، دستورالعمل‌ها و رهنمودهای تخصصی مرکز سلامت محیط و کار.

موضوع: مواد شیمیایی -- پیش‌بینی‌های ایمنی

موضوع: مواد شیمیایی -- خطرستجی

موضوع: محیط کار -- پیش‌بینی‌های ایمنی

شناسه افزوده: بهرامی، عبدالرحمن، ۱۳۴۳

شناسه افزوده: ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی.

شناسه افزوده: دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی تهران. پژوهشکده محیط زیست

شناسه افزوده: ایران. وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی، معاونت بهداشتی

ردیف بندی کنکور: TP ۱۴۹/۲ ر ۱۳۹۲

ردیف بندی دیجیتال: ۶۶۰/۲۸۰۴

شماره کتابشناسی هلی: ۳۳۱۰۹۰۸

- عنوان گایدلاين: شناسايي و ارزشيار عوامل زيان آور شيمياي در محيط کار
- کد الزامات: ۱۰۹۰۲-۰۲۰۵۰۲
- 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>

### **کميته فني تدوين راهنمای**

نام و نام خانوادگی	مرتبه علمی/سمت	محل خدمت
دکتر عبدالرحمن بهرامی	استاد/ رئیس کميته	دانشگاه علوم پزشکی همدان
دکتر فریده گل بابایی	استاد	دانشگاه علوم پزشکی تهران
دکتر نوشین راستکاري	استادiar	پژوهشکده محیط زیست
مهندسان فاضله کتایون مدیری	کارشناس/ دبیر کميته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندسان فاطمه صادقی	کارشناس/ عضو کميته	مرکز سلامت محیط و کار
مهندسان فائزه ایزدپناه	کارشناس/ عضو کميته	پژوهشکده محیط زیست

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

## فهرست

### جلد اول

١	- مقدمه
١	- اهداف
٢	- اصطلاحات و تعاريف
٦	الف - بخارات آلى
٦	الف - ١ - الكل ها
٦	اتانول
١٠	اتيل الكل
١٥	اتيلن گلیکول مونو متیل اتر
١٩	الكل چوب
٢٤	آليل الكل
٢٩	آنول
٣٣	ایزو بوتیل الكل
٣٨	ایزو بوتیل کریبنول
٤٣	ایزوآمیل الكل
٤٨	ایزوپروپیل الكل
٥٢	ایزوپروپیل کریبنول
٥٦	ایزوپنتیل الكل
٦١	- پروپانول
٦٥	- پروپنول
٦٩	جوهر چوب
٧٤	سیکلوهگزانول
٧٨	فورفوریل الكل
٨٢	- فوریل کریبنول

۸۶	- فوریل مтанول
۹۰	کربینول
۹۵	متانول
۱۰۰	- متوكسی اتانول
۱۰۴	- متیل -۱- پروپانول
۱۰۸	متیل الكل
۱۱۳	متیل سلوسلو
۱۱۷	متیل سیکلو هگزانول
۱۲۱	-۳- متیل -۱- بوتانول
۱۲۶	نفت چوب
۱۳۱	وبنیل کربینول
۱۳۵	هگزالین
۱۳۹	هگزاہیدروکرزول
۱۴۳	هگزاہیدرومتبیل فنول
۱۴۷	هیدرالین
۱۵۱	هیدرو کسی سیکلو هگزان
۱۰۰	-۲- (هیدرو کسی متیل) فوران
۱۰۹	الف - ۲ - آلدھیدها
۱۰۹	اتانال
۱۶۵	اتیل آلدھید
۱۷۱	استالدھید
۱۷۶	استیک آلدھید
۱۸۲	استیل آلدھید
۱۸۸	-۲- والرالدھید
۱۹۴	آمیل آلدھید

۲۰۰	بوتيل فرمال
۲۰۶	پروپالدهيد
۲۱۲	پروپانال
۲۱۷	پروپيل آلدھيد
۲۲۳	پروپيليك آلدھيد
۲۲۸	پروپيونالدھيد
۲۳۴	پنتانال
۲۳۹	فرمالدھيد
۲۴۴	فرمالين
۲۴۹	۲-فوران کربوکسالدھيد
۲۵۴	۲-فورآلدھيد
۲۵۹	فوردفوردال
۲۶۴	متانال
۲۶۹	متيل استالدھيد
۲۷۵	متيلن اكسايد
۲۸۱	والرال
۲۸۶	والرالدھيد
۲۹۲	والريك آلدھيد
۲۹۸	الف - ۳- آمين ها
۲۹۸	۱-تيل اقانامين
۳۰۳	ارتوك-تولويدين
۳۰۸	آمينوبنز
۳۱۳	۲-آمينوتولئن
۳۱۸	آنيلين
۳۲۳	بنزآمين

۳۲۸	n-n دى اتامين
۳۳۳	دى اتيل آمين
۳۳۸	دى آميد
۳۴۲	دى آمين
۳۴۶	دى متيل آمين
۳۵۱	دى متيل آمينو بتن
۳۵۶	-۲،۴ دى متيل آنيلين
۳۶۱	۲،۴-زايليدين
۳۶۶	فنيل آمين
۳۷۱	n-متيل مثانامين
۳۷۶	هيدرازين

### جلد دوم

۳۸۱	الف-۴- اترها
۳۸۱	آليل گليسيديل اتر
۳۸۶	پروپيلن گلیکول مونومتيل اتر استات
۳۹۰	پروپيلن گلیکول مونومتيل اتر
۳۹۴	دى اتيلن اتر
۳۹۸	۱،۴-دى اتيلن دى اكسيد
۴۰۲	دى اكسان
۴۰۷	دى پروپيلن گلیکول مونومتيل اتر
۴۱۱	۲-متوکسي-۱-متيل اتانول
۴۱۵	۱-متوکسي-۲-پروپانول
۴۱۹	۱-متوکسي-۲-پروپيل استات
۴۲۳	الف-۵ - استرها
۴۲۳	اتيل استات

۴۲۷	۲-اتوکسی اتیل استات
۴۳۱	اتیل آکریلات
۴۳۵	اتیلن اتانوآت
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-پتانول استر
۴۶۳	استیک اسید-۴-متیل-۲-پتانول استر
۴۶۷	ایزوبوتیل استات
۴۷۱	۷-آمیل استات
۴۷۵	۲-پروپنوفیک اسید اتیل استر
۴۷۹	۱،۳-دی متیل بوتیل استات
۴۸۳	سلوسلو استات
۴۸۷	متیل ایزو آمیل استات
۴۹۱	وینیل اتانوآت
۴۹۵	وینیل استات
۴۹۹	هگزیل استات sec
۵۰۳	الف - ۶ - هیدرو کربن ها
۵۰۳	الف-۶-۱- هیدرو کربن های آروماتیک
۵۰۳	اتیل بنزن
۵۰۷	ارت-کرزول
۵۱۱	استایرین
۵۱۵	اورتو-زايلن

۵۱۹	ایزوپروپیل بنزن
۵۲۳	بنزن
۵۲۷	بنزن (قرائت مستقیم)
۵۳۱	بنزول
۵۳۵	پارا-زايلن
۵۳۹	تترا-هیدروبنتن
۵۴۳	تولوئن
۵۴۷	ن-دکان
۰۰۱	دی متیل بنزن
۰۰۵	سیکلوهگزانترین
۰۰۹	سیکلوهگزان
۰۶۳	فنول
۰۶۷	کربولیک اسید
۰۷۱	کومن
۰۷۵	متا-زايلن
۰۷۹	متیل بنزن
۰۸۳	۲-متیل فنول
۰۸۷	وینیل بنزن
۰۹۱	هگزانهیدروبنتن
۰۹۵	هیدروکسی بنزن
۰۹۹	الف - ۶ - ۲ - هیدروکربن های هالوژنه
۰۹۹	اتیلن دی کلرايد
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 کلرواتان
۶۴۳	۱-۴-دی کلروبزن
۶۴۷	۱،۲-دی کلروبزن
۶۵۱	دی کلرومتان
۶۵۶	فنیل کلراید
۶۶۰	کلرواتیلن
۶۶۵	کلروبزن
۶۶۹	-کلرو تولوئن
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 بوکیل کتون
۷۰۰	استون
۷۰۴	ایزوپروپیل استون
۷۰۸	- پروپانون

٧١٢	سيكلوهگزانون
٧١٦	سيكلوهگزيل كتون
٧٢٠	كامفور
٧٢٤	متيل ان-بوتيل كتون
٧٢٨	متيل ايزوبوتيل كتون
٧٣٢	٤-متيل-٢-پتانون
٧٣٦	٣-متيل-٣-هپتانون
٧٤٠	٣-هپتانون
٧٤٤	٢-هگزانون
٧٤٨	هگرون
٧٥٢	الف - ٨ - سيانايدها
٧٥٢	استو نيترييل
٧٥٦	آكريلونيترييل
٧٦١	٢-پروپن نيترييل
٧٦٦	سيانومتان
٧٧١	متيل سيانايد
٧٧٥	وبنيل سيانايد
٧٨٠	الف - ٩ - مرکاپتان ها
٧٨٠	اتان اتيول
٧٨٥	اتيل سولفيدرات
٧٩٠	اتيل مرکاپتان
٧٩٥	متان اتيول
٨٠٠	متيل سولفيدرات
٨٠٥	متيل مرکاپتان
٨١٠	مرکاپتوatan

۸۱۵	مر کاپتومنان
۸۲۰	الف - ۱۰ - ترکیبات نیتروآروماتیک
۸۲۰	ار تومتیل نیتروبنزن
۸۲۴	ار تو-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 - نیترووزامین ها
۸۵۶	دی متیل نیترووزامین
۸۶۰	n-متیل-n-نیترووزومتانامین
۸۶۴	n-نیتروزوپیرولیدین
۸۶۸	۱-نیتروزوپینولیدین
۸۷۲	n-نیتروزوودی متیل آمین
۸۷۶	۴-نیتروزوومورفولین
۸۸۰	n-نیتروزوومورفولین
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	ترهیدروفوران
۹۲۹	دی اتیلن اکساید
۹۳۳	دی تیوکربنیک اندیرد
۹۳۹	کربن دی سولفید
۹۴۴	متانوئیک اسید
۹۴۹	هیدروژن کربوکسیلیک اسید

#### جلد چهارم

۹۰۵	ب - آئرسول های آلی
۹۰۵	ب - ۱ - هیدروکربن های آروماتیک چند هسته ای
۹۰۵	اسنفتن
۹۶۲	اورتو-بی فنیلن متان
۹۶۹	ایدریل
۹۷۶	آنتراسین
۹۸۳	بنز[a]آنتراسین
۹۹۰	بنز[e] اسفناکتریلن
۹۹۷	۱،۲-بنزآنتراسین
۱۰۰۴	بنزو[ghi] پیریلن
۱۰۱۱	بنزو[e] پیرن
۱۰۱۸	بنزو[a] پیرن

1025	بنزو[b]فلورانتين
1032	بنزو[j]فلورين
1039	بنزو[a]فنانترين
1046	6,7-بنزوبيرن
1053	4,5-بنزوبيرن
1060	3,4-بنزوبيرن
1067	1,12-بنزوبيرلين
1074	1,2-بنزوبيرن
1081	4,3-بنزوفلورانتين
1088	بنزو[def]فنانترين
1095	1,2-بنزوفنانترين
1102	بنزو[b]فنانترين
1109	بيرين
1116	ترافين
1123	فلورانتين
1130	فلورورين
1137	فن آنترين
1144	كريسين
1151	نفتالين
1158	نفتن
1165	ب-2-ايزوسيانات ها
1165	تولوئن-4,2-دي ايزوسيانات
1170	دي فنيل مтан-4,4-دي ايزوسيانات
1175	متيلن ييس فنيل ايزوسيانات
1180	4-متيلن دى فييل ايزوسيانات

۱۱۸۵	هگزامتیل دی ایزووسیانات
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 - اتیل هگزیل استر
۱۲۱۷	آرتازین
۱۲۲۴	آلاکلور
۱۲۳۱	سیاناژین
۱۲۳۸	سیمازین
۱۲۴۰	متولاکلور
۱۲۵۲	ب - ۵ - آفت کش ها
۱۲۵۲	ب - ۱ - آفت کش های ارگانوبیتروژن
۱۲۵۲	اکسامیل
۱۲۵۹	آلدیکرب
۱۲۶۶	بنومیل
۱۲۷۳	پروپوکسور
۱۲۸۰	پروفام
۱۲۸۷	تیون کرب
۱۲۹۴	دیورون
۱۳۰۱	فورماتفات
۱۳۰۸	کاپتان

۱۳۱۵	کارباریل
۱۳۲۲	کاربندازیم
۱۳۲۹	کربوفوران
۱۳۳۶	کلرپروفام
۱۳۴۳	متومیل
۱۳۵۰	متیوکرب

### جلد پنجم

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

۱۴۷۷	فُرات
۱۴۸۴	فُسدرین
۱۴۹۱	فَنامِيفوس
۱۴۹۸	فونوفوس
۱۵۰۵	كَلرپِيرفُوز
۱۵۱۲	گوتیون
۱۵۱۹	مَالاتِيون
۱۵۲۶	مانیتور
۱۵۳۳	متاميدوفوس
۱۵۴۰	متيل پاراتيون
۱۵۴۷	مونوكروتوفوس
۱۵۵۴	موينفوس
۱۵۶۱	نِماکور
۱۵۶۸	ب - ۶ - ساير آئروسول های آلى
۱۵۶۸	آزلايك اسيد
۱۵۷۲	بنزيدين
۱۵۷۶	پارا-دي آمينودي فنيل
۱۵۸۰	دوده استيلينى
۱۵۸۳	دوده چراغ
۱۵۸۶	دوده كوره
۱۵۸۹	دوده
۱۵۹۲	۳-دی كلوبنزيدين
۱۵۹۶	كربن آمورف
۱۵۹۹	لپار گيليك اسيد
۱۶۰۳	۱،۷-هپتان دی كربو كسيليسيك اسيد

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 - 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	هیدروفلوریک اسید
۱۷۱۸	هیدرو کلریک اسید

### جلد ششم

۱۷۲۳	۵ - ۲ - عناصر
۱۷۲۳	آرسنیک
۱۷۲۷	استرانسیم
۱۷۳۱	آلومینیوم
۱۷۳۵	آنتمیوآن
۱۷۳۹	باریم
۱۷۴۳	بریلیوم
۱۷۴۷	تالیم
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	لانتانیوم
۱۷۹۶	لیتیم
۱۸۰۰	مس
۱۸۰۴	منگنز
۱۸۰۸	منیزم
۱۸۱۲	مولیبدن
۱۸۱۶	نقره
۱۸۲۰	وانادیم
۱۸۲۳	د - ۳ - سایر آنروسوں های معدنی
۱۸۲۳	اکسید کلسیم
۱۸۲۷	الیاف سرامیک نسوز
۱۸۳۴	آزبست
۱۸۴۱	آکتینولیت
۱۸۴۸	آموزیت
۱۸۵۰	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 سوزآور

۱۹۰۶	سیلیس کریستالی
۱۹۱۲	شیشه الیافی
۱۹۱۹	فورمونیتریل
۱۹۲۴	کروزیدولیت
۱۹۳۱	کریزوتایل
۱۹۳۸	هیدروژن سیاناید
۱۹۴۳	هیدروسیانیک اسید
۱۹۴۸	هیدروکسید سدیم
۱۹۵۳	هیدروکسید کلسیم
۱۹۵۷	ه - نمونه کلی هوا
۱۹۵۷	گرد و غبار قابل استنشاق
۱۹۰۹	گرد و غبار کلی
۱۹۶۱	۴ - پیوست ها
۱۹۶۱	پیوست اف - الزامی
۱۹۸۱	پیوست ب - الزامی
۱۹۹۷	پیوست پ - الزامی
۲۰۰۹	پیوست ت - الزامی
۲۰۱۰	پیوست ث - الزامی
۲۰۱۱	پیوست ج - الزامی
۲۰۱۰	پیوست ج - 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 مستول 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 اجرایی و بعض‌آ عموم مردم قابل استفاده باشد ولی به هر حال ممکن است دارای نواقص و کاستی هایی باشد که بدینوسیله از همه متخصصین، کارشناسان و صاحبنظران 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 تارگاه های وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی (وبدأ)، 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 خدمات کلیه دست اnder کاران تدوین و انتشار این رهنمودها صمیمانه تشکر و قدردانی نمایم و پیشایش از کسانی که با ارائه پیشنهادات اصلاحی خود ما را در بهبود کیفیت این رهنمودها یاری خواهند نمود، صمیمانه سپاسگزاری نمایم.

دکتر کاظم ندادی

رئیس مرکز سلامت محیط و کار

## الف-۲- کتون ها

Ethyl amyl ketone	اتیل آمیل کتون
541-85-5 :CAS MJ7350000 : RTECS	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	حد مجاز: ACGIH: 25 ppm OSHA: 25 ppm
	احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتغال = $30^{\circ}\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
	مواد و محلولهای لازم: 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- هوای تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم: ۱- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهایهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از

- ۱- بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.02 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۳- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.
- ۴- ویال شیشه ای  $2 \text{ mL}$  لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۵- سرنگ های  $10 \text{ mL}$  میکرولیتری (با درجه بندی  $0.1 \text{ mL}$  میکرولیتری).
- ۶- پیست  $1 \text{ mL}$  لیتری
- ۷- بالن ژوژه  $10 \text{ mL}$  لیتری

#### نمونه برداری:

- ۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۲- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.01 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای  $1 \text{ to } 25 \text{ liter}$  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 بیندید.
- ۳- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0.05 \text{ to } 0.01 \text{ g/cm}^3$  آمیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از اتیل آمیل کتون را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal 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: ۵ mL

- گاز حامل: نیتروژن  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$
  - ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی  $(10\% \text{ FFAP on } 80/100 \text{ Chromosorb W-AW})$   $2 \text{ mm}$
- 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.
- ۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

- ۱- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) اتیل آمیل کتون موجود در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) (وله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) (نمونه) شاهد را محاسبه کنید.
- نکته: اگر  $W_f > W_b / 10$  ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.
- ۲- محاسبه غلظت (C) اتیل آمیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

اکیل بوتیل کتون	ethyl butyl ketone
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CO(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> ; C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹ اسامی متراالف: ۳-هپتانون ویژگی ها:	106-35-4 :CAS MJ5250000 : RTECS
حد مجاز: OSHA: 50 ppm	NIOSH: 50 ppm      ACGIH: 50 ppm
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست ( نقطه اشتعال = ۳۰ °C)، فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلوهای لازم: ۶- حلال: کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )، (خلوص گاز کروماتوگرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی) ۷- آنالیت (اکیل بوتیل کتون)، خلوص گاز کروماتوگرافی ۸- نیتروژن؛ خالص ۹- هیدروژن؛ خشک ۱۰- هو؛ 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 انتهایهای آن با حرارت بسته شده و دارای دربوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گیل در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

- ۱۰- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.
- ۱۱- ویال شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۲- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری).
- ۱۳- پیپت ؟ ۱ میلی لیتری
- ۱۴- بالن ژوژه ۱۰ 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 دوطرف نمونه بردار را سریعاً بشکنید 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 ۰/۰۱-۰/۰۲ L/min انجام دهید.
- ۸- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقیقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

- ۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۵- ۱ mL کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ای ۰/۰۵ تا ۵ میلی گرم اتیل بوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از اتیل بوتیل کتون را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کرین دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 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 غلطت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقی 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): اتیل بوتیل کتون
- جداساز: ۱ mL
- دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $100^{\circ}\text{C}$  تا  $200^{\circ}\text{C}$  در  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$
- حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$

- گاز حامل: نیتروژن  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$
- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی  $(10\% \text{ FFAP on } 80/100 \text{ Chromosorb W-AW})^3\text{mm}$

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

- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می‌توان از سایر ستون‌ها مانند  $10\% \text{ SP 2100}/0.1\% \text{ Carbowax 1500 on Supelcoport 100/120}$  با 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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
67-64-1 :CAS AL3150000 : RTECS	فرمول شیمیایی: <chem>CH3COCH3</chem> وزن مولکولی: ۵۸/۰۸ اسامی متراالف: ۲-پروپانون
ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار (۲۶۶ mmHg)؛ نقطه جوش $56^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $0.791\text{g/mL}$	
NIOSH: 250 ppm; ACGIH: 750 ppm, 1000 ppm STEL; OSHA: 750 ppm, 1000 ppm STEL	حد مجاز:
	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:
۱۱- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۱۲- آنالیت (استون) ۱۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۱۴- هیدروژن؛ خشک ۱۵- هو؛ تصفیه شده، خشک	
	وسایل و تجهیزات لازم:
۱۵- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گیل در $600^{\circ}\text{C}$ (قسمت جلویی: 100 mg، قسمت عقبی: 50 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی 1 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 ۰/۲ L/min - ۰/۰۱ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۷- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 ۱/۰ 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 کالایره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۱۰- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۱۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۰۱ - ۰/۲ 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 گستره‌ی ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم استون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از استون را در بالن ژوژه‌ی 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)
- 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 عقی 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).
- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تعزیه): استون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۱۰ °C/min تا ۵۰ °C در ۱۷۰ °C
- حجم تزریق: ۵ µL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی

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

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدد 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<sub>b</sub>) و عقبی (W<sub>f</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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

ایزوپروپیل استون	isopropyl acetone
فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$	108-10-1 :CAS SA9275000 : RTECS
وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶	
اسامی مترادف: MIBK؛ متیل ایزوپوتیل کتون؛ هگزون؛ ۴-متیل-۲-پنتانون	
ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش $117^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $0.8\text{ g/mL}$	ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش $117^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $0.8\text{ g/mL}$
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 = $30^{\circ}\text{C}$ ). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
مواد و محلولهای لازم:	۱۶- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۱۷- آنالیت (ایزوپروپیل استون) ۱۸- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۱۹- هیدروژن؛ خشک ۲۰- هوا؛ تصفیه شده، خشک

### وسایل و تجهیزات لازم:

۲۲- نمونه بردار: لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نارگیل در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی‌متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی‌متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از ۳/۴ kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند.

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

۲۴- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۲۵- شیشه‌های نمونه (ویال) ۲ میلی‌لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

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

۲۷- پیپت؛ ۱ میلی‌لیتری، به همراه bulb pipet

۲۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی‌لیتری

### نمونه برداری:

۱۳- پمپ‌های 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 بشکید و نمونه بردار را توسط لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۱۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲ L/min - ۰/۰ 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- محتوى بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال‌های جداگانه‌ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و

فوم را دور بیندازید.

۱۱- mL ۱ کربن دی سولفید به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

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

- مقدار مشخصی از ایزوپروپیل استون را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 عقی 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.

- نمونه‌ها 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 آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

۷- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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

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

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.

۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

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.

نکته: اگر  $W_f > 10 > W_b$  ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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

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

۲-پروپانون	
67-64-1 :CAS	فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>
AL3150000 : RTECS	وزن مولکولی: ۵۸/۰۸
	اسامی مترادف: استون
ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار (۳۵/۵ kPa) ۲۶۶ mmHg ؓ نقطه جوش °C ۵۶ ؓ دانسته III ؓ آفت کش گروه ۰/۷۹۱g/mL	
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 = °C -۳۰). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
	مواد و محلولهای لازم:
۲۱- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ 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 نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

- ۳۱- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 ۱/۰ 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 بشکید 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 ۰/۰۱ - ۰/۲ L/min برای عبور حجم هوای 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 بیندید.
- ۱۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۱۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۰/۰۲ تا ۱۰ میلی گرم ۲- پروپانون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ۲-پروپانون را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم از ۲-پروپانون)
- 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-پروپانون 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.
- نمونه‌ها 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 آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۹- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۲-پروپانون
- 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  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$
  - ستون: شیشه ای، با قطر داخلی  $6 \text{ mm}$  (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 مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۱۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می‌توان از سایر ستون‌ها مانند 10% SP-2100 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 ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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

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

Cyclohexanone	سیکلوهگزانون
108-94-1 :CAS GW1050000 : RTECS	فرمول شیمیایی: C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O وزن مولکولی: ۹۸/۱۵ اسامی مترادف: سیکلوهگزیل کتون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۲ mmHg (۰/۳ kPa)؛ نقطه جوش ۱۵۵ °C؛ دانسیته ۰/۹۴۷g/mL III
NIOSH:25 ppm (skin); ACGIH: 25 ppm (skin); OSHA: 25 ppm(skin)	حدمجاز:
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = ۳۰ °C). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۲۶- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ 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 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 ۶۰۰ °C، قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

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

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

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

۴۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $0.1 \text{ میکرولیتری}$ ).

۴۱- پیپت ؟ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

۴۲- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۲۲- 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.

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

۲۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقیقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

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

۱۷-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

۱۸- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۱۶- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره  $0.2$  تا  $10$  میلی گرم سیکلوهگزانون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از سیکلوهگزانون را در بالن ژوژه  $10$  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 سیکلوهگزانون)
- 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 عقیقی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرو لیتری مقدار مشخصی از سیکلوهگزانون 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 آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۱- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تعزیز): سیکلوهگزانون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۱۰ °C/min تا ۵۰ °C در ۱۷۰ °C
- حجم تزریق: ۵ µL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه‌ای، با قطر داخلی

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

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.

۱۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می‌توان از سایر ستون‌ها مانند 10% SP-2100 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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

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

سیکلوهگزیل کتون	Cyclohexyl ketone
فرمول شیمیایی: C <sub>6</sub> H <sub>10</sub> O	108-94-1 :CAS
وزن مولکولی: ۹۸/۱۵	GW1050000 : RTECS
اسامی مترادف: سیکلوهگزانون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۲ mmHg (۰/۳ kPa)؛ نقطه جوش °C ۱۵۵؛ دانسته III؛ آفت کش گروه ۰/۹۴۷g/mL	
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 = °C ۳۰). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.
مواد و محلولهای لازم:	۳۱- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۳۲- آنالیت (سیکلوهگزیل کتون) ۳۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۳۴- هیدروژن؛ خشک ۳۵- هو؛ تصفیه شده، خشک
وسایل و تجهیزات لازم:	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 نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

-۴۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/01 - 0/2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

-۴۵- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

-۴۶- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

-۴۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی ۱/۰ میکرولیتری).

-۴۸- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb

-۴۹- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

-۵۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.

-۵۱- 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.

-۵۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/01 - 0/2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

-۵۳- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقیقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

#### آماده سازی:

-۵۴- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

-۵۵-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

-۵۶- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

-۵۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ای  $0/02 - 0/01 \text{ میلی گرم سیکلوهگزیل}$  کنون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از سیکلوهگزیل کنون را در بالن ژوژه ای 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 سیکلوهگزیل کتون)
- 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 عقی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از سیکلوهگزیل 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).
- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): سیکلوهگزیل کتون
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- دمای تزریق: ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۱۰ °C/min تا ۵۰ °C در ۱۷۰ °C
- حجم تزریق: ۵ µL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۳۰ mL/min

- ستون: شیشه‌ای، با قطر داخلی

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

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

۱۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می‌توان از سایر ستون‌ها مانند 10% SP-2100 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 می‌رود.

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

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

camphor	کامفور
76-22-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_{10}H_{16}O$
EX1225000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۵۲/۲۴
	اسامی مترادف: -
	- ویژگی ها:
NIOSH: 2 ppm	حد مجاز: ACGIH: 2 ppm, 3 ppm STEL OSHA: 2 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:
۳۶- حلال: کربن دی سولفید ( $CS_2$ )، (خلوص گاز کروماتو گرافی)؛ با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتو گرافی)	
۳۷- آتالیت (کامفور)، خلوص گاز کروماتو گرافی	
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 انتهایهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از $3/4\text{kPa}$ ( $5/7\text{mmHg}$ ) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

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

۵۲- دستگاه گاز کر و ماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

۵۳- ویال شیشه ای ۲ میلی لیتری با درپوش بیچ دار PTFE

۵۴- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $1/0.1$  میکرولیتری).

۵۵- پیپت؛ ۱ میلی لیتری

۵۶- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

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.

۳۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.1\text{ - }0.2\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا  $25\text{ لیتر}$  انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۲۳-  $1\text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۲۲- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره  $0.1\text{ - }0.5\text{ میلی گرم}$  کامفور را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از کامفور را در بالن ژوژه  $10\text{ میلی لیتری}$  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 کامفور)
- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر چه 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 عقیقی 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).
- 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:

- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): کامفور
- 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: ۵ µL
- گاز حامل: نیتروژن N<sub>2</sub> یا هلیوم؛ ۴۰ mL/min

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

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

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.

۱۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

۱۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) کامفور موجود در بخش جلویی و عقبی (W<sub>b</sub>) (W<sub>f</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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

<b>methyl n-butyl ketone</b>	<b>متیل ان-بوتیل کتون</b>
591-78-6 :CAS	فرمول شیمیایی:
MP1400000 : RTECS	$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_3\text{COCH}_3$
	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
	اسامی مترادف: ۲-هگزانون؛ MBK
ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۳ mmHg ( $20/4 \text{ kPa}$ )؛ نقطه جوش $127^\circ\text{C}$ ؛ دانسیته III؛ $0.812 \text{ g/mL}$	
<b>NIOSH: 1 ppm;</b>	<b>حد مجاز:</b>
	<b>ACGIH: 5 ppm;</b>
	<b>OSHA: 100 ppm</b>
	<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>
- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی	۴۱
- آنالیت (متیل ان-بوتیل کتون)	۴۲
- نیتروژن؛ خالص	۴۳
- هیدروژن؛ خشک	۴۴
- هوای تصفیه شده، خشک	۴۵
	<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>
- 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 نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	۵۷

- ۵۹- بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۶۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۶۱- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.
- ۶۲- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۶۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $1/10$  میکرولیتری).
- ۶۴- پیپت؛ ۱ میلی لیتری، به همراه pipet bulb
- ۶۵- 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 سریعا 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  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1 \text{ L/min}$  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 بیندید.
- ۲۷- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۲۸- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ای  $0.02$  تا  $10$  میلی گرم متیل ان-بوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از متیل ان-بوتیل کتون را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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.
- نمونه‌ها را جداسازی کرده (مرحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۲۷- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۷- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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: ۱۰ °C/min در ۵۰ °C تا ۱۷۰ °C

- حجم تزریق:  $5\text{ mL}$

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

- ستون: شیشه‌ای، با قطر داخلی

$(10\% \text{ SP}2100 \text{ 0.1\% Carbowax 1500 on Chromosorb WHP})$  ۶ mm

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

۱۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

مداخله گری گزارش نشده است. می‌توان از سایر ستون‌ها مانند  $10\% \text{ SP-2100}$  یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده DB-1 استفاده کرد.

#### محاسبات:

۱۷- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) میل ان-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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

۱۸- محاسبه غلظت (C) میل ان-بوتیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Methyl isobutyl ketone	متیل ایزو بوتیل کتون
108-10-1 :CAS SA9275000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
اسامی متادف: MIBK؛ هگزون؛ ایزوپروپیل استون؛ ۴-متیل-۲-پتانون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش $117^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $0.8\text{ g/mL}$	
NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL; ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL; OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL	حمدجاز:
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: ۴۶- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۴۷- آنالیت (متیل ایزو بوتیل کتون) ۴۸- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۴۹- هیدروژن؛ خشک ۵۰- هوای 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 نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از	

- ۶۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۶۶- دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $1/10$  میکرولیتری).
- ۶۹- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه bulb pipet
- 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 رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۳۸- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- 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 دقیقت 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-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۳۰- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه در همزن قرار دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۲۸- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0.02 - 0.1 \text{ mL}$  تا  $10$  میلی گرم متیل ایزوپوتیل کتون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از متیل ایزوپوتیل کتون را در بالن ژوژه ای  $10$  میلی لیتری با کربن دی

سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر بر سانید.

- 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 ایزوپوتیل 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 عقی جاذب در یک نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از متیل ایزوپوتیل 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 مجھول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۱۹- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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  $N_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL/min}$
- ستون: شیشه ای، با قطر داخلی  $6 \text{ mm}$   
 $(10\% \text{ SP}2100 \text{ } 0.1\% \text{ Carbowax } 1500 \text{ on Chromosorb WHP})$
- نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) متیل ایزوپوتیل 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.
- محاسبه غلظت (C) متیل ایزوپوتیل کتون در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

۴-متیل-۲-پنتانون	فرمول شیمیایی:
4-methyl-2-pentanone	$(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$
108-10-1 :CAS	
SA9275000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
MIBK؛ متیل ایزوپوتیل کتون؛ ایزوپروپیل استون؛ هگزون ویژگی‌ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش $17^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $0.8\text{ g/mL}$	اسامی مترادف:
NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL; ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL; OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL	حد مجاز:
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.	احتیاطات ویژه:
مواد و محلولهای لازم: ۵۱- کربن دی سولفید ( $\text{CS}_2$ )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۵۲- آنالیت (۴-متیل-۲-پنتانون) ۵۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۵۴- هیدروژن؛ خشک ۵۵- هوای تصفیه شده، خشک	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.
وسایل و تجهیزات لازم: 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 می‌باشد. 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی $1\text{ L/min}$ باید از	وسایل و تجهیزات لازم: 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 می‌باشد. 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی $1\text{ L/min}$ باید از

- ۷۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۷۳- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای -یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.
- ۷۴- شیشه های نمونه (ویال) ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۷۵- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $0.1 \mu\text{L}$ ).
- ۷۶- پیپت ؛ ۱ میلی لیتری، به همراه bulb pipet
- ۷۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

**نمونه برداری:**

- ۴۱- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۴۲- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۴۳- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.1 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.
- ۴۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقیقه آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

**آماده سازی:**

- ۳۱- محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
- ۳۲-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۳۳- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه در همزن قرار دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۳۱- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0.02$  تا  $10$  میلی گرم  $4\text{-متیل-}2\text{-پنتانون}$  را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از  $4\text{-متیل-}2\text{-پنتانون}$  را در بالن ژوژه ای  $10$  میلی لیتری با کربن دی

- سولفید به حجم ۱۰ میلی لیتر بر سانید.
- 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-پنتانون)
  - ۳۲- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مراحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آمده 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-پنتانون 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 (مراحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۳۳- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۲۱- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
- جداساز:  $1\text{ mL}$
- دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $10^{\circ}\text{C/min}$  در  $170^{\circ}\text{C}$  تا  $50^{\circ}\text{C}$
- حجم تزریق:  $5\mu\text{L}$
- گاز حامل: نیتروژن  $\text{N}_2$  یا هلیوم؛  $30\text{ mL/min}$

- ستون: شیشه‌ای، با قطر داخلی

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

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

- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۴-متیل-۲-پنتانون 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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

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

<b>5-Methyl-3-heptanone</b> 541-85-5 :CAS MJ7350000 : RTECS	<b>۳-متیل-۳-هپتانون</b> 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: -
<b>NIOSH:</b> 25 ppm	<b>ACGIH:</b> 25 ppm
<b>OSHA:</b> 25 ppm	<b>حدمجاز:</b>
<b>احتیاطات ویژه:</b>	کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست ( نقطه اشتغال = $30^{\circ}\text{C}$ ). 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- هواء؛ 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 انتهایهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۷۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.02 \text{ L/min}$  ، 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  $1/10$  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  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.02 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوا ۱ تا  $25 \text{ mL}$  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-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۴- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0.05$  تا  $5$  میلی گرم  $3\text{-متیل}-\text{هپتانون}$  را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از  $3\text{-متیل}-\text{هپتانون}$  را در بالن ژوژه ای  $10$  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 یچ 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 مستقیما 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 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 mL

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

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

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

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

- ۲۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

- ۲۳- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب)  $3\text{-متیل-}3\text{-هپتانون}$  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 می‌رود.

- ۲۴- محاسبه غلظت (C)  $3\text{-متیل-}3\text{-هپتانون}$  در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

3-heptanone	۳-هپتانون
106-35-4 :CAS	فرمول شیمیایی:
MJ5250000 : RTECS	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> CO(CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> CH <sub>3</sub> ; C <sub>7</sub> H <sub>14</sub> O
	وزن مولکولی: ۱۱۴/۱۹
	اسامی مترادف: اتیل بوتیل کتون
	ویژگی ها: -
NIOSH:50 ppm	حد مجاز:
	ACGIH: 50 ppm
	OSHA: 50 ppm
	احتیاطات ویژه:
کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست ( نقطه اشتغال = ۳۰ °C). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
	مواد و محلولهای لازم:
۶۱- حلال: کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )، (خلوص گاز کروماتوگرافی); با ۱٪ حجمی متانول (خلوص گاز کروماتوگرافی)	
۶۲- آنالیت (۳-هپتانون)، خلوص گاز کروماتوگرافی	
۶۳- نیتروژن؛ خالص	
۶۴- هیدروژن؛ خشک	
۶۵- هوای 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 نار گیل در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 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  $0/2\text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۸۷- دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $0/1$  میکرولیتری).
- ۹۰- پیپت ؛ 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 رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۵۰- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ تا  $25\text{ لیتر}$  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-  $1\text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
- ۳۹- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۳۷- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0/05$  تا  $5$  میلی گرم  $3$ -هپتانون را در هر

نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از ۳-هپتانون را در بالن ژوژه 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 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 غلط انتخابی آمده 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.
- دریوش 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 استانداردهای 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): ۳-هپتانون
- جداساز:  $1\text{ mL}$  کربن دی سولفید به همراه ۱٪ حجمی متانول
- دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $100^{\circ}\text{C}$  تا  $200^{\circ}\text{C}$  در  $200^{\circ}\text{C}/\text{min}$

- حجم تزریق: ۵ µL

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

- ستون: فولاد ضدزنگ، با قطر داخلی

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

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.

- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرها:

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

#### محاسبات:

- ۲۵- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۳-هپتانون موجود در بخش جلویی (W<sub>b</sub>) و عقبی (W<sub>f</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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

۲-هگزانون	2-hexanone
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> (CH <sub>2</sub> ) <sub>3</sub> COCH <sub>3</sub>	591-78-6 :CAS
وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶	MP1400000 : RTECS
اسامی مترادف: متیل ان-بوتیل کتون؛ MBK	ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۳ mmHg (۰/۴ kPa)؛ نقطه جوش ۱۲۷ °C؛ دانسیته III؛ ۰/۸۱۲g/mL
حد مجاز: NIOSH: 1 ppm؛ ACGIH: 5 ppm؛ OSHA: 100 ppm	احتیاطات ویژه:
کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = ۳۰ °C). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	مواد و محلولهای لازم:
-۶۶ کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی	-۶۶ کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی
-۶۷ آنالیت (۲-هگزانون)	-۶۷ آنالیت (۲-هگزانون)
-۶۸ نیتروژن؛ خالص	-۶۸ نیتروژن؛ خالص
-۶۹ هیدروژن؛ خشک	-۶۹ هیدروژن؛ خشک
-۷۰ هو؛ تصفیه شده، خشک	-۷۰ هو؛ تصفیه شده، خشک
وسایل و تجهیزات لازم:	وسایل و تجهیزات لازم:
-۷۲ نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm؛ که انتهایهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال تهیه شده از پوست نار گلی در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

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

۹۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 ۰/۱ میکرولیتری).

۹۷- پیpet 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 رانیز به پمپ متصل کنید.

۵۴- 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.

۵۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوا 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 بیندید.

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  $0/02$  تا  $10$  میلی گرم  $2\text{-هگزانون}$  را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از  $2\text{-هگزانون}$  را در بالن ژوژه  $10$  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)
- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یکبار برای هر تعداد از لوله زغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون تعیین کنید (مراحله ۱ کالیبراسیون). همچنین سه نمونه بردار و سه شاهد برای پنج غلظت انتخابی آماده کنید.
- بخش عقیقی 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 (مراحله ۱ تا ۳ آماده سازی) و به همراه استاندارد های کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحله ۱ و ۲ اندازه گیری).
- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
  - آنالیت(ماده مورد تجزیه): ترکیبات مندرج شده در جدول ۱
  - جداساز:  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید
  - دمای تزریق:  $250^\circ\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $300^\circ\text{C}$
  - دمای ستون:  $10^\circ\text{C}/\text{min}$  تا  $50^\circ\text{C}$  در  $170^\circ\text{C}$
  - حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$
  - گاز حامل: نیتروژن  $\text{N}_2$  یا هلیوم؛  $30 \text{ mL}/\text{min}$
  - ستون: شیشه ای، با قطر داخلی  $6 \text{ mm}$
- (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 مجددا 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

hexone	هگزون
108-10-1 :CAS : RTECS SA9275000	فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{CHCH}_2\text{COCH}_3$ وزن مولکولی: ۱۰۰/۱۶
اسامی متراالف: MIBK؛ متیل ایزوپوتیل کتون؛ ایزوپروپیل استون؛ ۴-متیل-۲-پنتانون ویژگی ها: مایع؛ فشار بخار ۱۵ mmHg (۲ kPa)؛ نقطه جوش ۱۷ °C؛ دانسیته ۰.۸ g/mL.	
NIOSH: 50 ppm, 75 ppm STEL; ACGIH: 50 ppm, 75 ppm STEL; OSHA: 50 ppm, 75 ppm STEL	حد مجاز:
احتیاطات ویژه: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر حریق و انفجار آن بالاست (نقطه اشتعال = ۳۰ °C). فقط در زیر هود از آن استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم: ۷۱- کربن دی سولفید (CS <sub>2</sub> )؛ خلوص گاز کروماتوگرافی ۷۲- آنالیت (هگزون) ۷۳- نیتروژن؛ پیش تصفیه شده ۷۴- هیدروژن؛ خشک ۷۵- هواء؛ تصفیه شده، خشک	
وسایل و تجهیزات لازم: 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 نار گیل در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از ۳/۴ kPa (۵/۷ mmHg) بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.	

۱۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 \text{ L/min}$  -  $0/01$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۰۱- دستگاه گاز کر و ماتو گراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون.

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

۱۰۳- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (با درجه بندی  $0/01$  میکرولیتری).

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

۱۰۵- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۵۸- 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.

۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2 \text{ L/min}$  -  $0/01$  برای عبور حجم هوای ۱ تا ۱۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۴۴-  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

۴۵- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه در همزن قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۳- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $0/02$  تا  $10$  میلی گرم هگزرون را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از هگزرون را در بالن ژوژه ای  $10$  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 هگزرون)
- 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 هگزرون 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 (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- ۴۵- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

#### اندازه گیری:

- ۲۹- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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 مجددا 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 ۱۰% 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<sub>b</sub>) و عقبی (W<sub>f</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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

## الف-۸-سیانايدها

Acetonitrile	استونیتریل
75-05-8 :CAS	فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> CN
AL7700000 : RTECS	وزن مولکولی: ۴۱/۰۶
اسامی متراffد: متیل سیانايد؛ سیانو متان؛ ACN	ویژگی ها: مایع؛ دانسیته ۰/۷۸۳ g/mL در ۲۰ °C؛ حد انفجار ۴/۴-۱۶ درصد حجمی در هوای فشار بخار ۱۲ Kpa (۸۹ mmHg) در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۸۲ °C
NIOSH: 40 ppm	حد مجاز: ACGIH: 20 ppm
OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL	(1 ppm = 1.68 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)
احتیاطات ویژه:	
استونیتریل سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. متابول سمیت و قابل اشتعال متوسطی دارد. با این ترکیبات فقط در زیر هود کار کنید و از لوازم حفاظت فردی مناسب استفاده کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۲۶۰- استونیتریل، خلوص آزمایشگاهی (% ۹۹/۹)	
۲۶۱- متیلن کلراید، خلوص HPLC	
۲۶۲- متابول، خلوص HPLC	
۲۶۳- هلیوم ؛ خالص	
۲۶۴- هیدروژن ؛ خالص	
۲۶۵- هوای خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
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 نار گیل 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 محتوى 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  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

-۱۲۲- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیپت ، در اندازه های مختلف

-۱۲۷- بسته های بخ

#### 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 سریعا 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  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$  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 بخ (نمونه ها باید سرد نگه داشته شوند) به آزمایشگاه منتقل کنید.

#### آماده سازی:

-۵۲- محتوى بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های ۴ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوى 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 بگذارد.
- 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 گستره‌ی تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $1 \mu\text{L ACN} = 78.3 \mu\text{g}$ ) را در بالان ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آتالیز کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم 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.
- نمونه‌ها 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 میکرو گرم استونیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.

**اندازه گیری:**

- ۳۵۷- دستگاه گاز کروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس mL ۱ 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): استونیتریل
  - جداساز: mL ۲ محلول متانول/متیلن کلرايد (با نسبت ۱۵: ۸۵)
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
  - دمای ستون: ۱۵۰ °C تا ۱۲ °C/min برای ۴ دقیقه؛ ۴۵ °C برای ۲/۴ mL/min
  - گاز حامل: هلیوم؛
  - ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ crossbonded PEG یا انواع Stabilwax مشابه

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

- ۳۵۸- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

**مدخله گرها:**

نمونه های حاوی بیش از ۱۵٪ متانول یا دیگر الکل ها می توانند مدخله 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:  $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

آکریلونیتریل
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2=\text{CHCN}$
وزن مولکولی: ۵۳/۰۶
اسامی متراffد: ۲-پروپن نیتریل؛ وینیل سیاناید؛ AN
ویژگی ها: مایع؛ دانسیته $0.806 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار $17-20^\circ\text{C}$ در صد حجمی در هوا؛ فشار بخار $11 \text{ Kpa}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $77/2^\circ\text{C}$ (۸۳ mmHg)
حد مجاز: 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)
احتیاطات ویژه:
کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد ( $-30^\circ\text{C}$ = نقطه اشتعال)، آکریلونیتریل قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفا در زیر هود کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:
۲۶۶- کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی
۲۶۷- استون، خلوص کروماتوگرافی
۲۶۸- هگزان، خلوص کروماتوگرافی
۲۶۹- حلال : ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V)
۲۷۰- آکریلونیتریل، پایدار شده؛ در دمای $4^\circ\text{C}$ حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است.
۲۷۱- آکریلونیتریل؛ به تازگی تقطیر شده
۲۷۲- محلول کالیبراسیون مادر، $42 \text{ g/mL}$ ؛ $50 \text{ mL}$ میکرولیتر از آکریلونیتریل 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.
۲۷۳- هلیوم ؛ خالص
۲۷۴- هیدروژن ؛ خالص
۲۷۵- هوا؛ تصفیه شده

### 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 نار گیل تولید شده در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بربخش 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 باید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۲۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۱ - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۳۰- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیpet bulb pipet bulb ۱ میلی لیتری، به همراه

### نمونه برداری:

- ۶۴۵- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.
- ۶۴۶- قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۶۴۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۰۱ - ۰/۰۲ L/min، برای عبور حجم هوای ۳/۵ لیتر انجام دهید.
- ۶۴۸- درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقیقت 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- mL ۰/۱ حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.
- نکته: استاندارد داخلی، برای مثال (V/V) ۰/۱٪ بتزن یا n-هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.
- ۵۵- ویال ها را به مدت ۳۰ دقیقه بگذاری بماند و گاهگاهی آن را تکان دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۵۴- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره‌ی ۱ تا ۱۰۰۰ میکروگرم آکریلونیتریل به ازای هر نمونه بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (۱٪ 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 mg/mL ۰/۱ 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 همچین 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 مستقیما 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): آکریلونیتریل

- جداساز: ۱ mL (۰٪ 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 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 سیلیکائی ذوب شده است.

**محاسبات:**

-۳۷- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) آکریلونیتریل موجود در بخش جلویی ( $W_b$ ) و عقبی ( $W_f$ ) 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
107-13-1 :CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_2=\text{CHCN}$
AT5250000 :RTECS	وزن مولکولی: ۵۳/۰۶
	اسامی متراffد: آکریلونیتریل؛ وینیل سیاناید؛ AN ویژگی ها: مایع؛ دانسیته $0.806 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار $3-20^\circ\text{C}$ درصد حجمی در هواء؛ فشار بخار $11 \text{ Kpa}$ در $20^\circ\text{C}$ ( $83 \text{ mmHg}$ ) در $77/2^\circ\text{C}$ نقطه جوش
<b>NIOSH:</b> 2 ppm; C 10 ppm (skin)	<b>حد مجاز:</b>
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 اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفا 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- حلal: ۰.۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V) ۲۸۰- پروپن نیتریل، پایدار شده؛ در دمای $4^\circ\text{C}$ حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است. ۲۸۱- پروپن نیتریل؛ به تازگی تقطیر شده ۲۸۲- محلول کالیبراسیون مادر، $42 \text{ g/mL}$ ؛ $50 \text{ mL}$ 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- هواء؛ تصفیه شده

### وسایل و تجهیزات لازم:

- ۱۳۶- نمونه بردار: لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm که انتهای‌های آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در ۶۰۰ °C (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی‌متری 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min نباید از  $\frac{3}{4}$  kPa بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند.
- ۱۳۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.01 - 0.02$  L/min، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف.
- ۱۳۸- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- ۱۳۹- دستگاه میکرو-تقطیر برای تقطیر ۲-پروپن نیتریل در خلا
- ۱۴۰- شیشه‌های نمونه (ویال) ۲ میلی‌لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
- ۱۴۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی‌لیتری
- ۱۴۲- سرنگ‌های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه‌های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری.
- ۱۴۳- پیپت ۱ میلی‌لیتری، به همراه pipet bulb

### نمونه برداری:

- ۶۴۹- پمپ‌های 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 لوله‌های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۶۵۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.01 - 0.02$  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-  $0.1\text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و دربوش آن را بیندید.  
نکته: استاندارد داخلی، برای مثال  $(V/V) \cdot 10\%$  بنزن یا  $n$ -هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.

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

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۵۹- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره‌ی ۱ تا  $1000$  میکروگرم-۲-پروپن نیتریل به ازای هر نمونه بسازید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه‌ی  $10$  میلی لیتری با حلال  $(2\% \text{ استن کربن دی سولفید})$  به حجم  $10$  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  $0.1\text{ mg/mL}$  که از  $2\text{-پروپن نیتریل}$  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.

۶۰- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر چهار 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.

- در پوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
  - لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد و اجذب (مراحل ۳-۱ آماده سازی) و تجزیه کنید.
  - نموداری از راندمان و اجذب در برابر میکرو گرم 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 کروماتو گراف 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 (۰.۲٪ 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 مجدد 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 گرهای:

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

**محاسبات:**

-۳۹- جرم بر حسب  $\mu g$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) ۲-پروپن نیتریل موجود در بخش جلویی ( $W_b$ ) و عقبی ( $W_f$ ) 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:

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

سیانومتان	cyanomethane
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> CN	75-05-8 :CAS
وزن مولکولی: ۴۱,۰۶	AL7700000 :RTECS
اسامی متادف: متیل سیاناید؛ استونیتریل؛ ACN ویژگی ها: مایع؛ دانسیته mL/g ۰,۷۸۳ در ۲۰ °C؛ حد انفجار ۴/۴-۱۶ درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار (۸۹ mmHg) ۱۲ Kpa در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۸۲ °C	
حد مجاز: NIOSH: 40 ppm      ACGIH: 20 ppm OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL (1 ppm = 1.68 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)	
احتیاطات ویژه:	سیانومتان سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است. مтанول سمیت و قابل اشتعال متوسطی دارد. با این ترکیبات فقط در زیر هود کار کنید و از لوازم حفاظت فردی مناسب استفاده کنید.
مواد و محلولهای لازم:	۲۸۶- سیانومتان، خلوص آزمایشگاهی (% ۹۹/۹) ۲۸۷- متیلن کلراید، خلوص HPLC ۲۸۸- مтанول، خلوص HPLC ۲۸۹- هلیوم ؛ خالص ۲۹۰- هیدروژن ؛ خالص ۲۹۱- هوا؛ خالص و تصفیه شده
وسایل و تجهیزات لازم:	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 نار گیل 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 (۰۹-۲۲۶ # SKC) یا انواع مشابه).

۱۴۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.01 - 0.02 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۴۶- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیپت، در اندازه های مختلف

۱۵۱- بسته های بخ

#### 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  $0.01 - 0.02 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱ لیتر انجام دهید.

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

**آماده سازی:**

- 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.
- $0.2\text{ mL}$  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.
- $1\text{ mL}$  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:**

- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گستره‌ی تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $\mu\text{L ACN} = 78.3\text{ }\mu\text{g}$ ) را در بالن ژوژه‌ی 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 میکرو گرم سیانومتان)
- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعل 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 فعل 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 سیانومتان بازیافت شده ترسیم کنید.

#### اندازه گیری:

- ۳۶۳- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و  $1\text{ mL}$  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): سیانومتان
  - جداساز:  $2\text{ mL}$  محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵)
  - دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
  - دمای ستون:  $45^{\circ}\text{C}$  برای ۴ دقیقه،  $150^{\circ}\text{C}$  تا  $120^{\circ}\text{C}/\text{min}$
  - گاز حامل: هلیوم؛  $2/4\text{ mL/min}$
  - ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ Stabilwax ، crossbonded PEG 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 مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

#### ۳۶۴- مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گروهها:

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<sub>b</sub>) و عقبی (W<sub>f</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.

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

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

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

متیل سیاناید	methyl cyanide
فرمول شیمیایی:	CH <sub>3</sub> CN
وزن مولکولی:	۴۱/۰۶
اسامی مترادف:	استونیتریل ؛ سیانو متان ؛ ACN
ویژگی ها: مایع؛ دانسیته ۰/۷۸۳ g/mL در ۲۰ °C؛ حد انفجار ۴-۱۶ درصد حجمی در هوای فشار بخار ۱۲ Kpa (۸۹ mmHg) در ۲۰ °C؛ نقطه جوش ۸۲ °C	
حد مجاز:	NIOSH: 40 ppm      ACGIH: 20 ppm
OSHA: 2 ppm ; 60 ppm STEL	(1 ppm = 1.68 mg/m <sup>3</sup> @ NTP)
احتیاطات ویژه:	
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.	
مواد و محلولهای لازم:	
۲۹۲- متیل سیاناید، خلوص آزمایشگاهی (% ۹۹/۹)	
۲۹۳- متیلن کلراید، خلوص HPLC	
۲۹۴- متانول، خلوص HPLC	
۲۹۵- هلیوم ؛ خالص	
۲۹۶- هیدروژن ؛ خالص	
۲۹۷- هوای خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
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 نار گیل 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 محتوى 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  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.01 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.

۱۵۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیپت، 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 رانیز به پمپ متصل کنید.

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

۶۵۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 \text{ L/min}$  -  $0.01 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱-۲ لیتر انجام دهید.

۶۶۰- درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقیق 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- محتوى بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های ۴ میلی لیتری جداگانه ای انتقال دهید. لایه پشم شیشه باید به همراه محتوى بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد و فوم اورتان دور اندامته شود.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۶۲- روزانه حداقل ۶ استاندارد کاربردی در گسترهٔ تراکم مورد نظر بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر ( $1 \mu\text{L ACN} = 78.3 \mu\text{g}$ ) را در بالان ژوژهٔ ۱۰ میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت ۱۵:۸۵) به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (طبق مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم 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 صیر کنید تا تعادل برقرار شود، سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
- نمونه‌ها و شاهدها را به همراه محلول‌های 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 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 خودکار 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؛ Stabilwax، crossbonded PEG 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 مجدد آنالیز کنید و یک 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 الكل ها می توانند مداخله گر باشند.

**محاسبات:**

۴۳- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (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 نشست 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:  $\mu\text{g/L} = \text{mg/m}^3$

وینیل سیاناید	vinyl cyanide
فرمول شیمیایی:	$\text{CH}_2=\text{CHCN}$
وزن مولکولی:	۵۳/۰۶
اسامی متراծ:	-پروپن نیتریل؛ آکریلونیتریل؛ AN
ویژگی ها:	مايع؛ دانسیته $0.806 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ حد انفجار $17-20^\circ\text{C}$ در صد حجمی در هوا؛ فشار بخار $11 \text{ Kpa}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $77/2^\circ\text{C}$ ( $83 \text{ mmHg}$ )
حد مجاز:	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)
احتیاطات ویژه:	کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد ( $30^\circ\text{C}$ = نقطه اشتعال)، وینیل سیاناید قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفا در زیر هود کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	<p>- کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>- استون، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>- هگزان، خلوص کروماتوگرافی</p> <p>- حلal : ۲٪ استن در دی سولفید کربن (V/V)</p> <p>- وینیل سیاناید، پایدار شده؛ در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> حداقل به مدت ۱ ماه پایدار است.</p> <p>- وینیل سیاناید؛ به تازگی تقطیر شده</p> <p>- محلول کالیبراسیون مادر، ۵۰ میکرولیتر از وینیل سیاناید تازه تقطیر شده را به <math>10 \text{ mL}</math> هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت ۱ هفته در دمای <math>4^\circ\text{C}</math> پایدار است.</p> <p>- هلیوم؛ خالص</p> <p>- هیدروژن؛ خالص</p> <p>- 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 انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نار گیل تولید شده در ۶۰ °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 باید از ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
- ۱۶۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۱-۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- ۱۶۲- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
- 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 ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۶۶- سرنگ های کوچک ۱۰ میکرولیتری و اندازه های دیگر در صورت لزوم، با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری.
- ۱۶۷- پیpet 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 بشکنید 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 ۰/۰۱-۰/۰۲ L/min برای عبور حجم هوای ۲۰-۳/۵ 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 اندخته شود.
- ۶۲-  $0.1\text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.  
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 گستره‌ی ۱ تا  $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$  میکروگرم وینیل سیاناید به ازای هر نمونه بسازید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه‌ی  $10\text{ }\mu\text{l}$  لیتری با حلال  $(2\% \text{ کربن دی سولفید})$  به حجم  $10\text{ }\mu\text{l}$  میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر  $1000\text{ }\mu\text{g/mL}$  است).
- نکته: مساحت زیر پیک محلول های استاندارد را با استاندارد مرجع  $1\text{ mg/mL}$  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 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  $\mu\text{l}$  میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیما 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 ۳-۱ 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.

اندازہ گیری:

۳۶۷- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کند.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): وینیل سیاناید
  - جداساز: mL ۱ 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: فلراد ضد؛ زنگ

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

نکته: در این شرایط زمان ماند و بنا، سیاناید بر ایر ۸/۵ دققه است.

<sup>۳۶۸</sup>- مساحت زمین سکه و محاسن کنید.

مداخلہ گھا

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

**محاسبات:**

۴۵- جرم بر حسب  $\mu g$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) وینیل سیاناید موجود در بخش جلویی ( $W_b$ ) و عقبی ( $W_f$ ) 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:

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

## الف-۹- مرکاپتان

اتان اتیول	فرمول شیمیایی:	Ethanethiol
	CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> SH	75-08-1 :CAS
	وزن مولکولی: ۶۲/۱۳	KI9625000 : RTECS
اسامی مترادف: اتیل مرکاپتان؛ مرکاپتواتان؛ اتیل سولفیدرات	ویژگی ها: نقطه جوش ۳۵ °C؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته g/mL ۰/۸۳۹ در ۲۰ °C	
OSHA: 10 ppm C	حد مجاز: 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، mL/2۵۲ mg/mL؛ ۳۰ میلی لیتر اتان اتیول را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.		
۷۴۵- هیدروژن، خالص		
۷۴۶- هلیوم، خالص		
۷۴۷- هواء، 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 ۳۷ میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard) با		

انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکریلیک 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 پشتیان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد.

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

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

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

۱۰.۸۹ - ویال های شیشه ای، ۲ و ۵ میلی لیتری با درپوش بیچ دار PTFE

۱۰.۹۰ - سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۰.۹۱ - بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۰.۹۲ - پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۰.۹۳ - قیف جدا کننده، 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 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.

۶۶۷ - نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/1\text{--}0/2\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۶۸ - بلا فاصله 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 در پوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۳۹۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ژوژه‌ی ۱۰

میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتان اتیول) یا منحنی معادله درجه دوم  $\ln(\text{مساحت پیک در برابر } \ln(\text{غلظت}))^2$  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 نفلون ساخته شده است.

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

نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه‌ها را استخراج کرده (مراحل ۱-۳ 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 گازکروماتوگراف 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 تعزیه): 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: ۱۵ °C/min (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۳۰ دقیقه)

- گاز حامل: هلیوم (1 mL/min) و نیتروژن (جبرانی)

- زمان ماند اتان اتیول: ۳/۲ دقیقه

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

-۳۷۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

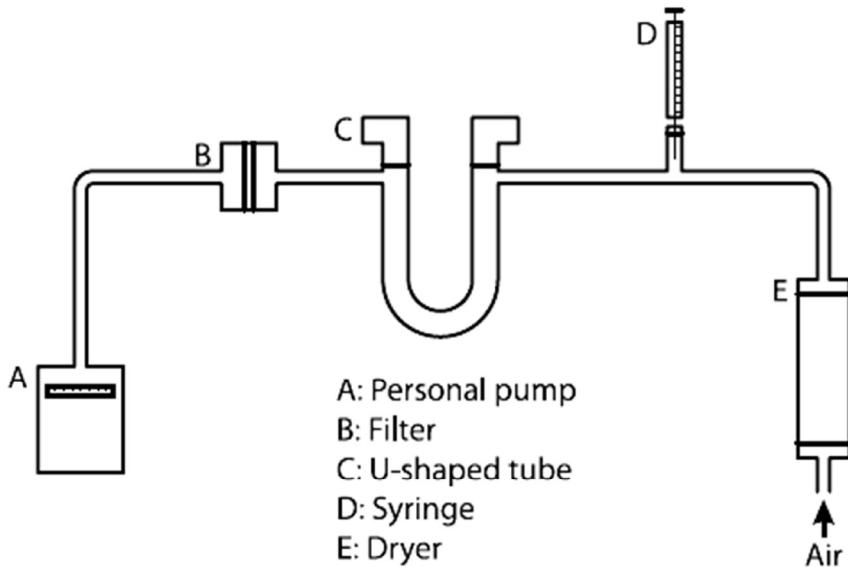
**مداخله گرهای:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

### 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.

<p><b>ethyl sulfhydrate</b></p> <p>75-08-1 :CAS KI9625000 : RTECS</p> <p>OSHA:10 ppm C      NIOSH: 0.5 ppm/15 min C      ACGIH: 0.5 ppm</p>	<p><b>اتیل سولفیدرات</b></p> <p>فرمول شیمیایی: <math>\text{CH}_3\text{CH}_2\text{SH}</math> وزن مولکولی: ۶۲/۱۳</p> <p>اسامی مترادف: اتان اتیول؛ مرکاپتواتان؛ اتیل مرکاپتان</p> <p>ویژگی ها: نقطه جوش <math>35^{\circ}\text{C}</math>؛ فشار بخار <math>442 \text{ mmHg} / 58/9 \text{ kPa}</math>؛ دانسیته <math>20^{\circ}\text{C}</math> در <math>0.839 \text{ g/mL}</math></p> <p>حدمجاز:</p>
	<p>احتنیاطات ویژه:</p> <p>اتیل سولفیدرات را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. اتیل سولفیدرات شدیدا 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>+۷۴۸- اتیل سولفیدرات، <math>99\%</math></p> <p>-۷۴۹- استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>-۷۵۰- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>-۷۵۱-۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS</p> <p>-۷۵۲- محلول استوک کالبیراسیون اتیل سولفیدرات، <math>2/52 \text{ mg/mL}</math>؛ <math>30 \text{ میلی لیتر}</math> اتیل سولفیدرات را در بالن ژوژه <math>10 \text{ میلی لیتری}</math> با متیلن کلراید به حجم برسانید.</p> <p>-۷۵۳- هیدروژن، خالص</p> <p>-۷۵۴- هلیوم، خالص</p> <p>-۷۵۵- هوا، تصفیه شده و فشرده</p>
	<p><b>وسایل و تجهیزات لازم:</b></p> <p>۱۰۹۴- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات جیوه القاح شده است.</p> <p>برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر <math>37 \text{ میلی متری}</math> فایبر گلاس (Gelman Metrigard) با انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکریلیک در محلول آبی <math>5\%</math> (وزنی/حجمی) استات جیوه</p>

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 کروماتو گراف، 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  $10$ ،  $50$  و  $100$  میکرولیتری

۱۰۹۹- بالن ژوژه  $10$  میلی لیتری

۱۱۰۰- پیپ شیشه ای  $5$  و  $20$  میلی لیتری

۱۱۰۱- قیف جدا کننده،  $30$  میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۶۷۰- 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.

۶۷۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/1$  برای عبور حجم هوای  $10$  تا  $150$  لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۱۸-  $20$  میلی لیتر اسید هیدروکلریک  $25\%$  (حجمی) و  $5$  میلی لیتر  $1,2$ -دی کلرواتان را به قیف جدا کننده  $30$  میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در

دهانه قیف جدا کننده 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 در پوش پیچ دار ویال را بگذارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۳۹۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با ۱، ۲- دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتیل سولفیدرات) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)) 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 اختباری 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  $0/2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه‌ها را استخراج کرده (مراحل ۳- 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، سیلیکاکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- مساحت پیک را محاسبه کنید.

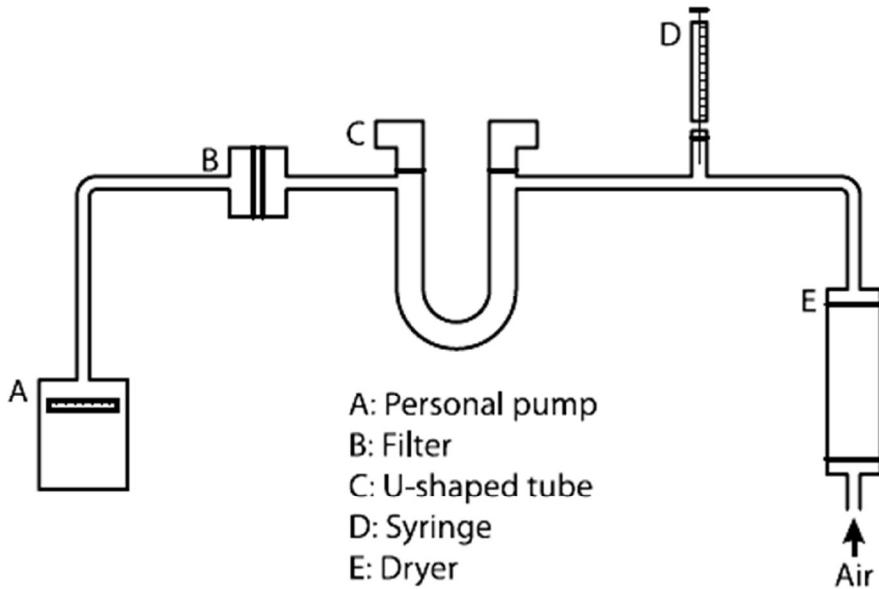
۳۷۲-

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

#### محاسبات:

- جرم بر حسب ۰.۵ μl اتیل سولفیدرات موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
- 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
75-08-1 :CAS KI9625000 : RTECS	فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> CH <sub>2</sub> SH وزن مولکولی: ۶۲/۱۳
	اسامی متراծ: اتان اتیول؛ مرکاپتواتان؛ اتیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش ۳۵ °C؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته ۰/۸۳۹ g/mL در ۲۰ °C
OSHA: 10 ppm C NIOSH: 0.5 ppm/15 min C	حدمجاز: ACGIH: 0.5 ppm
	احتیاطات ویژه: 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.
	مواد و محلولهای لازم: 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، mg/mL ۲/۵۲؛ 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
	وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۰۲- 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 آکریلیک 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  $L/min = 0/2$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

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

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

۱۱۰۶- سرنگ های ۱۰، ۵۰ و ۱۰۰ میکرولیتری

۱۱۰۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۱۰۸- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۰۹- قیف جدا کننده، 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 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.

۶۷۵- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $L/min = 0/1 - 0/2$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۷۶- بلا فاصله 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 بزرگ و آن را بدون اینکه خیس شود در

دهانه قیف جداگتنده قرار دهد.

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

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

-۳۹۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ژوژه‌ی

۱۰ میلی لیتری با ۱، ۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت اتیل مرکاپتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) 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 دهد.

نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه‌ها را استخراج کرده (مراحل ۱-۳ 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 گازکروماتوگراف 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 تعزیز): اتیل مرکاپتان

- جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۰.۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱-دی-کلرواتان

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C

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

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

- زمان ماند اتیل مرکاپتان: ۳/۲ دقیقه

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

- مساحت پیک را محاسبه کنید. ۳۷۴

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

#### محاسبات:

۲۷۲- جرم برحسب  $\mu\text{g}$  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) برحسب لیتر:

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

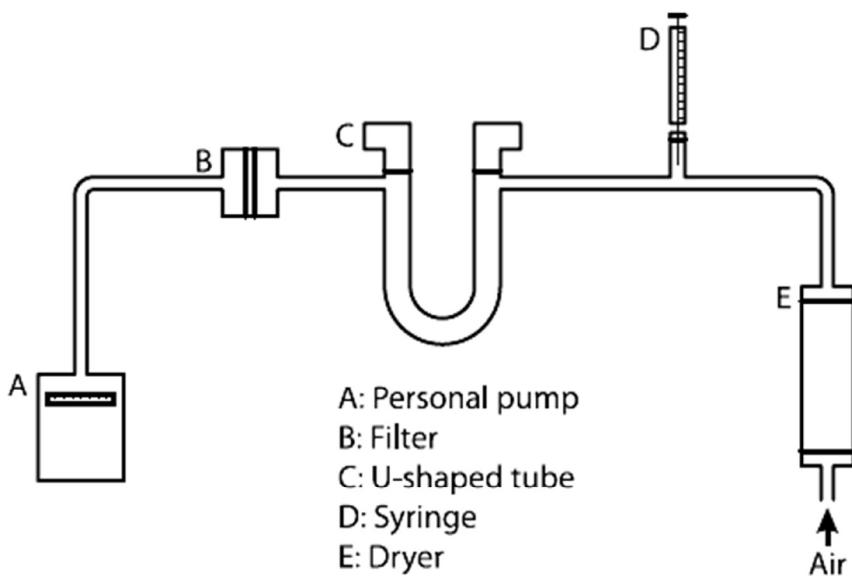


Figure 1. Sample spiking and collection system.

متان اتیول	methanethiol
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> SH	64-93-1 :CAS
وزن مولکولی: ۴۸/۱۱	PB4375000 : RTECS
اسامی متادف: متیل مرکاپتان؛ مرکاپوتان؛ متیل سولفیدرات	
ویژگی ها: نقطه جوش ۶/۲ °C؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm ؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C	
حد مجاز: OSHA: 10 ppm C	NIOSH: 0.5 ppm/15 min C
ACGIH: 0.5 ppm	احتیاطات ویژه:
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.	
مواد و محلولهای لازم:	
+٪۹۹/۵ - گاز متان اتیول،	۷۶۴
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 متین کلراید را به ویال منتقل کرده و در پوش پیچ دار آن را بیندید. ۱ میلی لیتر گاز متان اتیول خالص (در شرایط ۲۵ °C و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید.	
۷۶۹ - هیدروژن، خالص	
۷۷۰ - هلیوم، خالص	
۷۷۱ - هواء تصفیه شده و فشرده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
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 آکریلیک 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  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/1$ ، به همراه لوله های رابط قابل

انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۱۲- دستگاه گاز کروماتو گراف، 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  $10/50$  و  $100$  میکرولیتری

۱۱۱۵- بالن ژوژه  $10$  میلی لیتری

۱۱۱۶- پیپ شیشه ای  $5/20$  میلی لیتری

۱۱۱۷- قیف جدا کننده،  $30$  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 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.

۶۷۹- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/1$  برای عبور حجم هوای  $10$  تا  $150$  لیتر انجام دهید.

۶۸۰- بلا فاصله 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 تابزیند 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 منظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و در پوش پیچ دار ویال را بگذارید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۴۰۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متان اتیول) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) 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  $20\text{ L}/\text{min}$  نمونه برداری را انجام دهید.
  - نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.
  - نمونه‌ها 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:

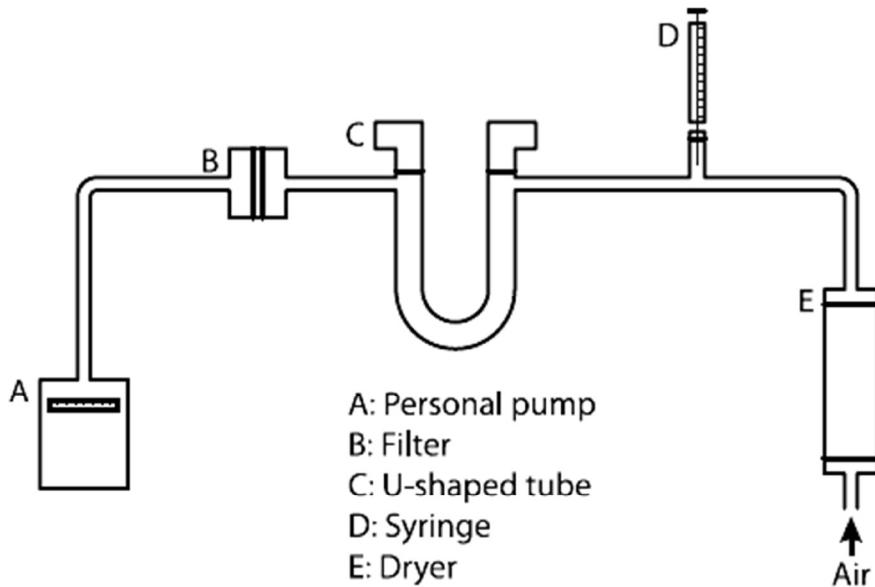
- ۳۷۵- دستگاه گاز کروماتو گراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس ۱ میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): متان اتیول
  - جداساز: ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۲۵٪ (حجمی) بعلاوه ۵ میلی لیتر ۱،۲-دی کلرواتان
  - دمای تزریق: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ °C/min)
  - گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند متان اتیول: ۲/۴ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۷۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گروه‌ها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می‌توانند 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:

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



**Figure 1.** Sample spiking and collection system.

متیل سولفیدرات	methyl sulfhydrate
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> SH	64-93-1 :CAS
وزن مولکولی: 48/11	PB4375000 : RTECS
اسامی مترادف: متان اتیول؛ مرکاپتو متان؛ متیل مرکاپتان ویژگی ها: نقطه جوش ۶/۲ °C؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C	
حد مجاز: OSHA: 10 ppm C      NIOSH: 0.5 ppm/15 min C      ACGIH: 0.5 ppm	احتیاطات ویژه:
متیل سولفیدرات را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متیل سولفیدرات شدیدا قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	مواد و محلولهای لازم: + ۷۷۲ - گاز متیل سولفیدرات، ۹۹/۵٪ ۷۷۳ - استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۷۴ - هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۷۵ - ۱،۲-دی کلرو اتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۷۶ - محلول استوک کالبیراسیون متیل سولفیدرات، ۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیل کلراید را به ویال منتقل کرده و در پوش پیچ دار آن را بیندید. ۱ میلی لیتر گاز متیل سولفیدرات خالص (در شرایط ۲۵ °C و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید. ۷۷۷ - هیدروژن، خالص ۷۷۸ - هلیوم، خالص ۷۷۹ - هوا، تصفیه شده و فشرده

**وسایل و تجهیزات لازم:**

۱۱۱۸- 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 آکریلیک 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.

۱۱۱۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$ ، 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، ۵ و ۲ 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 جدا کننده، 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  $0.1 - 0.2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۸۴- بلا فاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از سور

نگه داری کنید.

#### آماده سازی:

- ۴۲۷ ۲۰ میلی لیتر اسید هیدروکلریک ۰.۲۵٪ (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 در پوش پیچ دار ویال را بگذارد.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۰۳ روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متیل سولفیدرات) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) را در کالیبراسیون به کار برد.
- 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  $L/min$  ۰/۲ نمونه برداری را انجام دهید.
- نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.
- نمونه‌ها 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 گازکروماتوگراف 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 (1 mL/min) و نیتروژن (جبرانی)

- زمان ماند متیل سولفیدرات: ۲/۴ دقیقه

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

۳۷۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گروها:** 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:

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

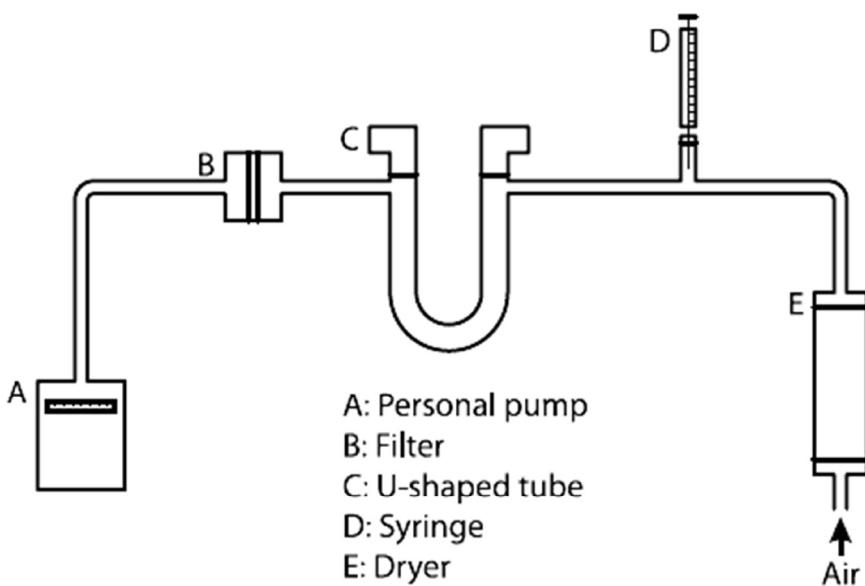


Figure 1. Sample spiking and collection system.

Methyl mercaptan	متیل مرکاپتان
64-93-1 :CAS PB4375000 : RTECS	فرمول شیمیابی: CH <sub>3</sub> SH وزن مولکولی: ۴۸/۱۱
	اسامی متراوف: متان اتیول؛ مرکاپتونان؛ متیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش ۶/۲ °C ، فشار بخار کمتر از ۱ atm ؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C
OSHA: 10 ppm C	حد مجاز: NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm
	احتیاطات ویژه: متیل مرکاپتان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متیل مرکاپتان شدیدا قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.
	مواد و محلولهای لازم: ۷۸۰- گاز متیل مرکاپتان، +٪۹۹/۵ ۷۸۱- استات چیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۸۲- هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۸۳- ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۸۴- محلول استوک کالیبراسیون متیل مرکاپتان، mg/mL ۰/۳۹۴ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و در پوش پیچ دار آن را بیندید. ۱ میلی لیتر گاز متیل مرکاپتان خالص (در شرایط ۲۵ °C و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید. ۷۸۵- هیدروژن، خالص ۷۸۶- هلیوم، خالص ۷۸۷- هوای تصفیه شده و فشرده
	وسایل و تجهیزات لازم: ۱۱۲۶- نمونه بردار: فیلتر فایبر گلاس که توسط استات چیوه 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) 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  $0/2\text{ L/min}$ - $0/1$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE

۱۱۲۸- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیپت شیشه ای ۵ و ۲۰ میلی لیتری

۱۱۳۳- قیف جدا کننده، 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 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.

۶۸۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$ - $0/1$  برای عبور حجم هوا ۱۰ تا ۱۵۰ لیتر انجام دهید.

۶۸۸- بلا فاصله 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 تابزیند 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 کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و در پوش پیچ دار ویال را بگذارد.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

۴۰۵- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی 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 ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متیل مرکاپتان) یا منحنی معادله درجه دوم  $\ln(\text{مساحت پیک})$  در برابر  $\ln(\text{غلظت})$  را در کالیبراسیون به کار برد.

۴۰۶- میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. 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: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.

- نمونه‌ها 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: ۲۵۰ °C
  - دمای آشکارساز: ۲۵۰ °C
  - دمای ستون: ۳۰ °C (۲ دقیقه)، ۲۰۰ °C (۱۵ دقیقه)
  - گاز حامل: هلیوم (۱ mL/min) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند متیل مرکاپتان: ۲/۴ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکاژ ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
  - مساحت پیک را محاسبه کنید.

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

#### محاسبات:

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

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

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

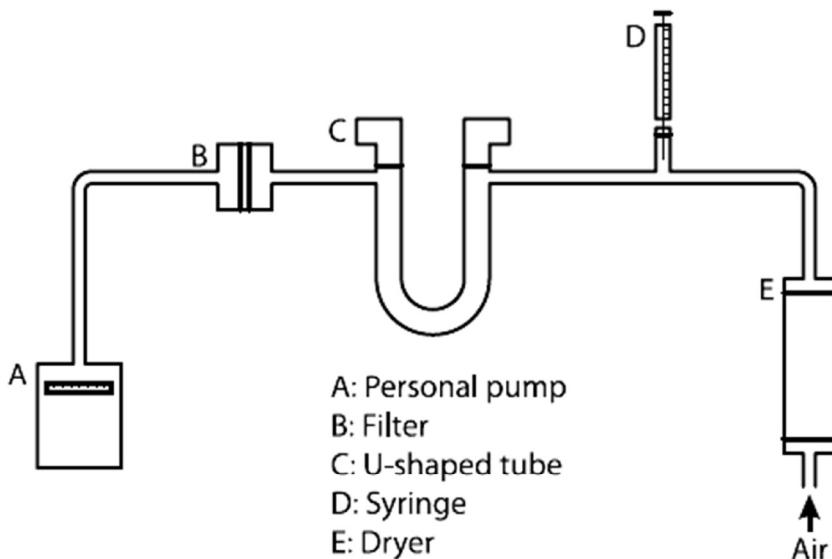


Figure 1. Sample spiking and collection system.

مرکاپتواتان	mercptoethane
فرمول شیمیایی: <chem>CH3CH2SH</chem>	75-08-1 :CAS
وزن مولکولی: ۶۲/۱۳	KI9625000 : RTECS
اسامی مترادف: اتیل مرکاپتان؛ اتان اتیول؛ اتیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش ۳۵ °C؛ فشار بخار ۴۴۲ mmHg (۵۸/۹ kPa)؛ دانسیته ۰/۸۳۹g/mL در ۲۰ °C	
حد مجاز: 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- دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۲- محلول استوک کالبیراسیون مرکاپتواتان، mg/mL ۲/۵۲ ؛ ۳۰ میلی لیتر مرکاپتواتان را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید. ۷۹۳- هیدروژن، خالص ۷۹۴- هلیوم، خالص ۷۹۵- هو، 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 آکریلیک 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  $0/2\text{ L/min}$  ، 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  $10$ ،  $50$  و  $100$  میکرولیتری

۱۱۳۹- بالن ژوژه  $10$  میلی لیتری

۱۱۴۰- پیپت شیشه ای  $5$  و  $20$  میلی لیتری

۱۱۴۱- قیف جدا کننده،  $30$  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 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.

۶۹۱- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/1\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوا  $10$  تا  $150$  لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

۴۳۳-  $20$  میلی لیتر اسید هیدروکلریک  $25\%$  (حجمی) و  $5$  میلی لیتر  $1,2$ -دی کلرواتان را به قیف جدا کننده  $30$  میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزند و آن را بدون اینکه خیس شود در

دهانه قیف جداگانه قرار دهد.

-۴۳۴- قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوى آن بیرون بریزد تکان دهد.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

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

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتوتان را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتر برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت مرکاپتوتان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln$  مساحت پیک در برابر  $\ln$  (غلظت)<sup>۲</sup>) 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  $100\text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهد. نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.

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

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم مرکاپتوتان 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-دی‌کلروواتان

- 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 (جرانی)

- زمان ماند مرکاپتواتان: ۳/۲ دقیقه

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

- مساحت پیک را محاسبه کنید. ۳۸۲

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

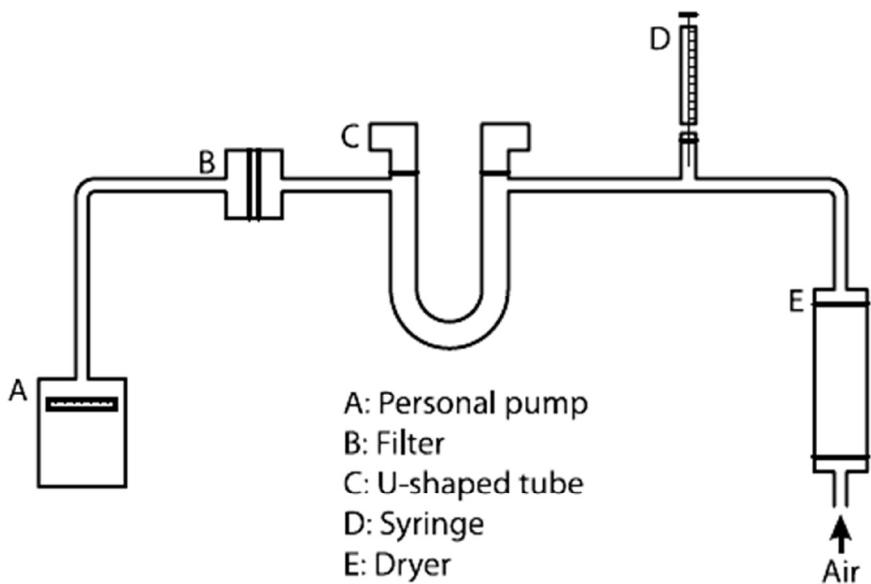
ایجاد تداخل کنند.

#### 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	مرکاپتومنان
64-93-1 :CAS PB4375000 : RTECS	فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> SH وزن مولکولی: ۴۸/۱۱
اسامی مترادف: متان اتیول؛ متیل مرکاپتان؛ متیل سولفیدرات ویژگی ها: نقطه جوش ۶/۲ °C؛ فشار بخار کمتر از ۱ atm؛ دانسیته ۰/۸۶۶ g/mL در ۲۰ °C	
OSHA: 10 ppm C NIOSH: 0.5 ppm/15 min C ACGIH: 0.5 ppm	حدمجاز:
مرکاپتومنان را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. مرکاپتومنان شدیداً قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید.	احتیاطات ویژه:
مواد و محلولهای لازم: ۷۹۶ - گاز مرکاپتومنان، +٪۹۹/۵ ۷۹۷ - استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۸ - هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۷۹۹ - ۱،۲-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۸۰۰ - محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتومنان، ۰/۳۹۴ mg/mL؛ ۵ میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و در پوش پیچ دار آن را بیندید. ۱ میلی لیتر گاز مرکاپتومنان خالص (در شرایط ۲۵ °C و ۱ atm) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید. ۸۰۱ - هیدروژن، خالص ۸۰۲ - هلیوم، خالص ۸۰۳ - هوا، تصفیه شده و فشرده	
وسایل و تجهیزات لازم: 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	

انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکریلیک 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  $0.2\text{ L/min}$ - $0.1\text{ L/min}$ ، 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 جدا کننده، ۳۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۶۹۴- 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.

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

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

**آماده سازی:**

۲۰-۴۳۶ 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 بزند و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جدا کننده قرار دهید.

۲۱-۴۳۷ قیف را به مدت ۲ دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.  
۲۲-۴۳۸ ۵ دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملاً جدا شوند. سپس ۱،۲-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و در پوش پیچ دار ویال را بگذارد.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

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

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون مرکاپتومنان را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با ۱،۲-دی کلرواتان به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲ و ۱ نمونه برداری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید؛ می‌توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت مرکاپتومنان) یا منحنی معادله درجه دوم ( $\ln \text{مساحت پیک} \propto \ln (\text{غلظت})^2$ ) 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  $0.2 \text{ L/min}$  نمونه برداری را انجام دهید.
- نکته: نمونه‌ها را دور از نور نگه دارید.
- نمونه‌ها را استخراج کرده (مراحل ۳-۱ آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم مرکاپتومنان 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): مرکاپتومنان
  - جداساز: ۰ 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 (1 mL/min) و نیتروژن (جبرانی)
  - زمان ماند مرکاپتومنان: ۲/۴ دقیقه
  - ستون: موئین، سیلیکائی ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
- ۳۸۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

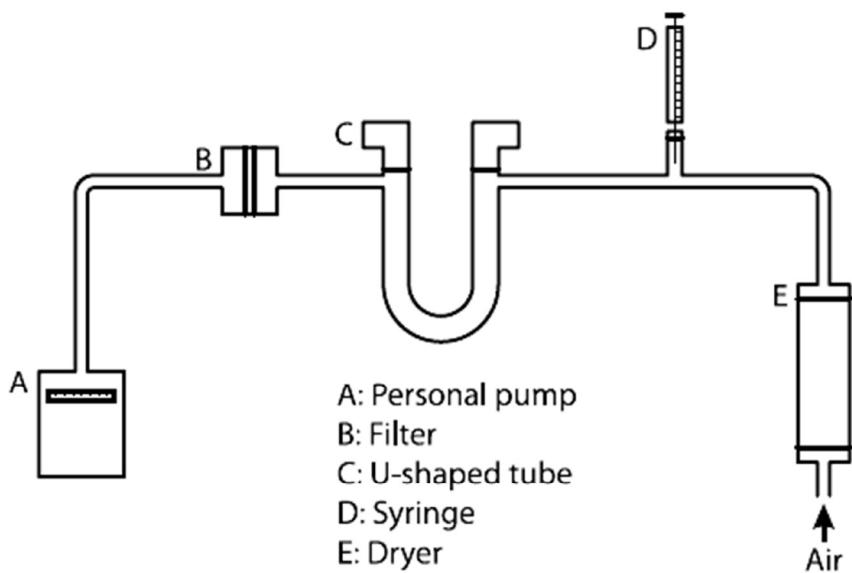
**مداخله گرها:** دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

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

- ۲۸۳- محاسبه غلظت (C) مرکاپتومنان 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.

## الف-۱۰- ترکیبات نیتروآروماتیک

ارتومتیل نیتروبنزن	o- Methylnitrobenzene
فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$	88-72-2 :CAS
وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴	XT3150000 : RTECS
اسامی مترادف: ارتونیتروبنزن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ۲-نیتروبنزن	ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^{\circ}\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $4^{\circ}\text{C}$ ؛ فشار بخار $20^{\circ}\text{C}$ در $0.15\text{ mmHg}$ ؛ دانسیته $1.163\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}\text{C}$
حد مجاز: OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm
ACGIH: 2 ppm	احتیاطات ویژه:
<p>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 متهماً گلوبینی شود. متابول به شدت قابل انفجار است.</p>	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>-۸۰۴- متابول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC</li> <li>-۸۰۵- ارتومتیل نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی</li> <li>-۸۰۶- محلول استوک کالیبراسیون ارتومتیل نیتروبنزن، <math>500\text{ }\mu\text{g/mL}</math> در متابول آماده شود</li> <li>-۸۰۷- هیدروژن، خالص و تصفیه شده</li> <li>-۸۰۸- هلیوم، خالص و تصفیه شده</li> <li>-۸۰۹- هوا، خالص و تصفیه شده</li> </ul>	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>-۱۱۵۰- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول <math>7\text{ cm}</math>، قطر خارجی <math>6\text{ mm}</math> و قطر داخلی <math>4\text{ mm}</math>؛ 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 <math>2\text{ میلی متری}</math> فوم اورتان از هم جدا</li> </ul>	

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.

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

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

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

- سرنگ های ۱۰۰ و ۱۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

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

- نمونه برداری را در یک دبی مشخص  $0.1\text{ L/min}$  -  $0.01\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوا ۱۰ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

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

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۵۸۲-۳ میکرو گرم اوتومتیل نیتروبنزن

را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متابول 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 یک در برابر میکرو گرم اوتومتیل نیتروبیزن).

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 اوتومتیل نیتروبیزن 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 اوتومتیل نیتروبیزن 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:

۴۸۵- دستگاه گاز کروماتو گراف 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): ارتو متیل نیترو بنزن

- جداساز: ۱ mL متانول

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)

- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)

- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۸۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** هر ماده ای که زمان ماند مشابه ارتو متیل نیترو بنزن 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.

#### محاسبات:

۲۸۴- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ارتو متیل نیترو بنزن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۲۸۵- محاسبه غلظت (C) ارتو متیل نیترو بنزن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

ارتو-نیتروتولوئن	o-Nitrotoluene
فرمول شیمیایی: CH <sub>3</sub> C <sub>6</sub> H <sub>4</sub> NO <sub>2</sub>	88-72-2 :CAS
وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴	XT3150000 : RTECS
اسامی متراوف: ارتومتیل نیتروبنزن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ۲-نیتروتولوئن ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش ۲۲۲ °C؛ نقطه ذوب -۴ °C؛ فشار بخار ۰/۱۵mmHg در ۲۰ °C؛ دانسیته ۰/۱۶۳ g/mL در ۲۰ °C	
حدمجاز: OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm
	ACGIH: 2 ppm
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
ارتونیتروتولوئن بسیار سمی و محرك است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس ارتو-نیتروتولوئن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تفسی اجتناب کنید. ارتو-نیتروتولوئن از طریق پوست جذب شده و می تواند موجب متهموگلوینی شود. مтанول به شدت قابل انفجار است.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b>	
۸۱۰- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC	
۸۱۱- ارتو-نیتروتولوئن؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۱۲- محلول استوک کالیبراسیون ارتو-نیتروتولوئن، ۵۰۰ μg/mL؛ در مтанول 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 دربوش 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.

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

۱۱۶۰- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 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 سریعا 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  $L/min = ۰/۰۱$  برای عبور حجم هوای ۱۰ 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-  $1\text{ mL}$  متابول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بستید.

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 ای  $۳-۵/۸۲$  میکرو گرم ارتو-نیتروتولوئن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی

کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با مтанول 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- نیترو- تولوئن).

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- نیترو- تولوئن را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.

- چند دقیقه منتظر بمانید تا تعادل با هوای محیط صورت گیرد، سپس دربوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.

- محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳-۴ 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- نیترو- تولوئن 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 گازکروماتوگراف 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): ارتو- نیترو- تولوئن

- جداساز: ۱ mL

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$

- دمای ستون:  $80^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ دقیقه، تا  $180^{\circ}\text{C}$  ( $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )

- گاز حامل: هلیوم ( $2/5-3 \text{ mL}/\text{min}$ )

- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجددا آنالیز کید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کید.

- ۳۸۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** هر ماده ای که زمان ماند مشابه ارتو-نیتروتولوئن 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.

#### محاسبات:

- ۲۸۶- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ارتو-نیتروتولوئن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

- ۲۸۷- محاسبه غلظت (C) ارتو-نیتروتولوئن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

4-Chloronitrobenzene	۴-کلرو نیتروبنزن
100-00-5 :CAS CZ1050000 : RTECS	فرمول شیمیایی: <chem>C6H4ClNO2</chem> وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶
اسامی متراffد: ۱-کلرو-۴-نیتروبنزن؛ ۴-نیتروکلروبنزن؛ PCNB؛ pPCNB ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ، نقطه جوش ۲۴۲ °C، نقطه ذوب ۸۳ °C؛ فشار بخار ۲۰ °C در ۰/۲ mmHg؛ دانسیته ۱/۲۹۸ g/mL	
OSHA: 0.16 ppm	حد مجاز: NIOSH: Cancer suspect agent ACGIH: 0.1 ppm
احتیاطات ویژه:	
<p>-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. مтанول به شدت قابل انفجار است.</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>۸۱۶- متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC ۸۱۷- ۴-کلرو نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۱۸- محلول استوک کالیبراسیون ۴-کلرو نیتروبنزن، ۵۰۰ <math>\mu\text{g}/\text{mL}</math>؛ در متانول آماده شود ۸۱۹- هیدروژن، خالص و تصفیه شده ۸۲۰- هلیوم، خالص و تصفیه شده ۸۲۱- هوا، خالص و تصفیه شده</p>	
وسایل و تجهیزات لازم:	
<p>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</p>	

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

- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1\text{--}1167\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

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

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

- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

- پیست ۳ و ۵ میلی لیتری

- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

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

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

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

#### آماده سازی:

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

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

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $595\text{--}8\text{ میکرو گرم}$ -کلرو نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی

کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متابول به حجم ۱۰ میلی لیتر پرسانید.
- 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-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 غلاظت 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 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-کلرو نیتروبنزن بازیافت 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:

- دستگاه گازکروماتوگراف 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

-	جداساز: ۱ mL مтанول
-	دمای تزریق: ۲۵۰ °C
-	دما آشکارساز: ۳۰۰ °C
-	دما ستون: ۱۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)
-	گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)
-	ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با مтанول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

-۳۹۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** 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.

#### محاسبات:

-۲۸۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) -۴- کلرو نیتروبنزن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

-۲۸۹- محاسبه غلظت (C) -۴- کلرو نیتروبنزن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

۱-کلرو-۴-نیتروبنزن	
100-00-5 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_6H_4ClNO_2$
CZ1050000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶
اسامی متراالف: ۴-کلرو نیتروبنزن ؛ ۴-نیترو کلروبنزن ؛ PCNB ؛ PNCB	ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش $242^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $83^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $20\text{ mmHg}$ در $30^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.298\text{ g/mL}$ در $28\text{ Pa}$
OSHA: 0.16 ppm	حد مجاز: NIOSH: Cancer suspect agent
	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. مтанول به شدت قابل انفجار است.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۲۲- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC	
۸۲۳- "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۲۴- محلول استوک کالیبراسیون "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"， $\mu\text{g/mL}$ در مtanول 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 ۴۰/۲۰ 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.

۱۱۷۵- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min - ۰/۰۱$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۱۷۶- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۱۷۷- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۱۷۸- سرنگ های  $۱۰\text{ mL}$  میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۱۷۹- بالن ژوژه  $۱۰\text{ mL}$  میلی لیتری

۱۱۸۰- پیپت  $۳\text{ mL}$  و  $۵\text{ mL}$  میلی لیتری

۱۱۸۱- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

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.

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

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

#### آماده سازی:

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.

۴۴۹-  $۱\text{ mL}$  میانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۲۰- روزانه با حداقل  $۶$  استاندارد کاربردی که گستره  $۵۹۵-۸\text{ mL}$  میکرو گرم "۱-کلرو-۴-

"نیتروبنتن" را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی تر کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متابول 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-نیتروبنتن").

۴۲۱-راندمان جدادسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گسترده کالیبراسیون، تعیین کنید.

- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- توسط یک سرنگک میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون "۱-کلرو-۴-نیتروبنتن" 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-نیتروبنتن" 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:

۴۹۱-دستگاه گازکروماتوگراف 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 حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن"

- جداساز: ۱ mL متابول

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۱۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۸ °C/min

- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)

- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متابول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید یا کسریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۹۲-مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** 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.

#### محاسبات:

۲۹۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۲۹۱- محاسبه غلظت (C) "۱-کلرو-۴-نیتروبنزن" 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

2-Methylnitrobenzene	۲-متیل نیتروبنزن
88-72-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{NO}_2$
XT3150000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴
اسامی متادف: ارتو-متیل نیتروبنزن؛ ارتو-نیتروتولوئن؛ ۲-نیتروتولوئن	
ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^{\circ}\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $-4^{\circ}\text{C}$ ؛ فشار بخار $20^{\circ}\text{C}$ در $0.15\text{ mmHg}$ ؛ دانسیته $1.163\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}\text{C}$	
OSHA: 5 ppm (skin)	حد مجاز: NIOSH: 2 ppm
	ACGIH: 2 ppm
احتیاطات ویژه:	
۲-متیل نیتروبنزن سیار 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 متهماً گلوبینی شود. متابول به شدت قابل انفجار است.	
مواد و محلولهای لازم:	
- متابول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC	
- ۲-متیل نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی	
- محلول استوک کالیبراسیون ۲-متیل نیتروبنزن، $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ در متابول آماده شود	
- هیدروژن، خالص و تصفیه شده	
- هلیوم، خالص و تصفیه شده	
- هوا، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
- 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 $40/20$ مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: $150\text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $75\text{ mg}$ ) که توسط یک لایه $2\text{ میلی متری}$ فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه $3\text{ میلی متری}$ فوم	

- اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.
- ۱۱۸۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min = ۰/۱$ ، 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- پیpet 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  $L/min = ۰/۲ - ۰/۱$  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 ۳-۵۸۲ میکرو گرم ۲-متیل نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با متنالو 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 ۳-۱ 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 بازیافت 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 گازکروماتو گراف 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

-	جداساز: ۱ mL مтанول
-	دمای تزریق: ۲۵۰ °C
-	دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C
-	دمای ستون: ۱۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)
-	گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)
-	ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۹۴- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** 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.

#### محاسبات:

۲۹۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-متیل نیتروبنزن موجود در بخش جلویی ( $W_b$ ) و عقبی ( $W_f$ ) 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۲۹۳- محاسبه غلظت (C) ۲-متیل نیتروبنزن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

Nitrobenzene	نیتروبنزن
98-95-3 :CAS DA6475000 : RTECS	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 $0.37 \text{ mmHg}$ در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.196 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$
OSHA: 1 ppm (skin)	حد مجاز: NIOSH: 1 ppm (skin) ACGIH: 1 ppm (skin)
احتیاطات ویژه:	
نیتروبنزن بسیار سمی و محرك 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 متهموگلوینی شود. مтанول به شدت قابل انفجار است.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۳۴- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC	
۸۳۵- نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۳۶- محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزن، $500 \mu\text{g/mL}$ ؛ در مтанول آماده شود	
۸۳۷- هیدروژن، خالص و تصفیه شده	
۸۳۸- هلیوم، خالص و تصفیه شده	
۸۳۹- هوا، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
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 $2 \text{ میلی متری}$ فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه $3 \text{ میلی متری}$ فوم	

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

۱۱۹۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min$  ۰/۰۱-۱، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۱۹۲- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیpet 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 سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

۷۱۹- نمونه برداری را در دبی  $L/min$  ۱ 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 ملی‌لتر را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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 ۵۹۸-۲ میکرو گرم نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی تر کردن

منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با مтанول به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم نیتروبنتن).
- 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 نیتروبنتن 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 ۳-۱ 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 نیتروبنتن 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 گازکروماتوگراف** 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 حلal و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نیتروبنتن
  - جداساز:  $1 \text{ mL}$  مtanول
  - دمای تزریق:  $250^\circ \text{C}$

-	دماه آشکارساز: ۳۰۰ °C
-	دماه ستون: ۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)
-	گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)
-	ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۹۶- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گروها:** هر ماده‌ای که زمان ماند مشابه نیتروبنزن داشته باشد می‌تواند ایجاد تداخل کند. در زمان نمونه برداری سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت‌های بالا کاهش می‌دهد.

محاسبات:
-۲۹۴- جرم بر حسب $\mu\text{g}$ (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نیتروبنزن 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.
-۲۹۵- محاسبه غلظت (C) نیتروبنزن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

Nitrobenzol	نیتروبنزول
98-95-3 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_6H_5NO_2$
DA6475000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۲۳/۱۱
	اسامی مترادف: نیتروبنزن؛ روغن میرین
	ویژگی ها: مایع روغنی بی رنگ با بوی مغز بادام؛ نقطه جوش $6^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $20^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $0.37 \text{ mmHg}$ در $20^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.196 \text{ g/mL}$ در $0^{\circ}C$
OSHA: 1 ppm (skin)	حد مجاز: NIOSH: 1 ppm (skin) ACGIH: 1 ppm (skin)
	احتیاطات ویژه:
	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 متهماً گلوبینی شود. مтанول به شدت قابل انفجار است.
	مواد و محلولهای لازم:
	- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC - نیتروبنزول؛ خلوص آزمایشگاهی - محلول استوک کالیبراسیون نیتروبنزول، $500 \mu\text{g/mL}$ در مtanول آماده شود - هیدروژن، خالص و تصفیه شده - هلیوم، خالص و تصفیه شده - هوا، خالص و تصفیه شده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	- 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 $2 \text{ میلی متری}$ فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه $3 \text{ میلی متری}$ فوم

- اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.
- ۱۱۹۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1\text{--}10\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
- ۱۲۰۰- دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $10\text{--}150\text{ لیتر}$  انجام دهید.
- ۷۲۴- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقیق 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-  $1\text{ mL}$  میثانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.
- ۴۵۹- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۲۹- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $5\text{--}98\text{--}2$  میکرو گرم نیتروبنزول را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی تر کردن

منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه‌ی  $10\text{ mL}$  میلی لیتری با متانول به حجم  $10\text{ mL}$  میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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.
  - محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳-۴ 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:

- ۴۹۷- دستگاه گازکروماتوگراف 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:  $1\text{ mL}$  متانول
  - دمای تزریق:  $250^\circ\text{C}$

- دمای آشکارساز: $200^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون: $80^{\circ}\text{C}$ به مدت ۱ دقیقه، تا $180^{\circ}\text{C}$ ( $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )
- گاز حامل: هلیوم ( $2/5-3 \text{ mL/min}$ )
- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متنالول رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۳۹۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** 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.

محاسبات:
- ۲۹۶- جرم بر حسب $\mu\text{g}$ (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نیتروبنزول موجود در بخش جلویی ( $W_b$ ) و عقبی ( $W_f$ ) (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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.
- ۲۹۷- محاسبه غلظت ( $C$ ) نیتروبنزول 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

۲-نیتروتولوئن	
فرمول شیمیایی: <chem>CH3C6H4NO2</chem>	88-72-2 :CAS
وزن مولکولی: ۱۳۷/۱۴	XT3150000 : RTECS
اسامی متراوف: ارتومتیل نیتروبنزن؛ ۲-متیل نیتروبنزن؛ ارتو-نیتروتولوئن ویژگی ها: مایع زرد فام؛ نقطه جوش $222^{\circ}\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $-4^{\circ}\text{C}$ ؛ فشار بخار $0.15\text{ mmHg}$ در $20^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $1.163\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}\text{C}$	
حد مجاز: OSHA: 5 ppm (skin)	NIOSH: 2 ppm
	ACGIH: 2 ppm
احتیاطات ویژه:	
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 متهماً گلوبینی شود. مтанول به شدت قابل انفجار است.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۴۶- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC	
۸۴۷- ۲-نیتروتولوئن؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۴۸- محلول استوک کالیبراسیون ۲-نیتروتولوئن، $500\text{ }\mu\text{g/mL}$ در مтанول آماده شود	
۸۴۹- هیدروژن، خالص و تصفیه شده	
۸۵۰- هلیوم، خالص و تصفیه شده	
۸۵۱- هوا، خالص و تصفیه شده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۲۰۶- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 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 عقی محتوی لوله قرار گرفته است.

۱۲۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $L/min = ۰/۰۱$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۲۰۸- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۲۰۹- ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۲۱۰- سرنگ های ۱۰ و ۱۰۰ میکرولیتری و ۱ میلی لیتری

۱۲۱۱- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۱۲- پیپت ۳ و ۵ میلی لیتری

۱۲۱۳- حمام اولتراسونیک

#### نمونه برداری:

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

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.

۷۲۷- نمونه برداری را در یک دبی مشخص  $L/min = ۰/۰۲$ - $۰/۰۱$  برای عبور حجم هوای ۱۰ تا ۳۰ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۴۶۱- ۱ mL میانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۳۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره ۳-۵۸۲ میکرو گرم ۲-نیتروتولوئن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی

کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه 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-نیتروتولوئن).
- ۴۶۳- 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-نیتروتولوئن 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 اجذب 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-نیتروتولوئن بازیافتد 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:

- ۳۹۹- دستگاه گازکروماتوگراف 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-نیتروتولوئن
  - جداساز:  $1 \text{ mL}$  متانول

- دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C}$
  - دمای آشکارساز:  $300^{\circ}\text{C}$
  - دمای ستون:  $80^{\circ}\text{C}$  به مدت ۱ دقیقه، تا  $180^{\circ}\text{C}$  (۸  $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ )
  - گاز حامل: هلیوم ( $2/5-3 \text{ mL}/\text{min}$ )
  - ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه
- نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متابول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.
- ۴۰۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گروها:** هر ماده ای که زمان ماند مشابه ۲-نیتروتولوئن 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.

#### محاسبات:

۲۹۸- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۲-نیتروتولوئن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۲۹۹- محاسبه غلظت (C) ۲-نیتروتولوئن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

4-Nitrochlorobenzene	۴-نیتروکلروبنزن
100-00-5 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_6H_4ClNO_2$
CZ1050000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۵۷/۵۶
اسامی متراوف: ۱-کلرو-۴-نیتروبنزن؛ ۴-کلرو نیتروبنزن؛ PCNB؛ PNCB	ویژگی ها: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش $242^{\circ}\text{C}$ ؛ نقطه ذوب $83^{\circ}\text{C}$ ؛ فشار بخار $28\text{ Pa}$ در $30^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $1.298\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}\text{C}$
OSHA: 0.16 ppm	حد مجاز: NIOSH: Cancer suspect agent
	ACGIH: 0.1 ppm
احتیاطات ویژه:	
<p>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. مтанول به شدت قابل انفجار است.</p>	
مواد و محلولهای لازم:	
<p>-۸۵۲- مтанول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC</p> <p>-۸۵۳- ۴-نیتروکلروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی</p> <p>-۸۵۴- محلول استوک کالیبراسیون ۴-نیتروکلروبنزن، <math>500\text{ }\mu\text{g/mL}</math> در مтанول آماده شود</p> <p>-۸۵۵- هیدروژن، خالص و تصفیه شده</p> <p>-۸۵۶- هلیوم، خالص و تصفیه شده</p> <p>-۸۵۷- هوا، خالص و تصفیه شده</p>	
وسایل و تجهیزات لازم:	
<p>-۱۲۱۴- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول <math>7\text{ cm}</math>، قطر خارجی <math>6\text{ mm}</math> و قطر داخلی <math>4\text{ mm}</math> 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 <math>2\text{ میلی متری}</math> فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه <math>3\text{ میلی متری}</math> فوم</p>	

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

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

۱۲۱۶- دستگاه گاز کروماتو گراف، 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 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 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 مtanول 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 گستره‌ی ۴-۸ میکرو گرم -۵۹۵ نیتروکلروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گستردگی

- کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
- مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با مтанول 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- نیترو کلروبنزن).
- 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 غلطت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
  - توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون ۴- نیترو کلروبنزن 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- نیترو کلروبنزن 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 گازکروماتوگراف 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- نیترو کلروبنزن

- جداساز: ۱ mL متانول

- دمای تزریق: ۲۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۳۰۰ °C

- دمای ستون: ۱۸۰ °C به مدت ۱ دقیقه، تا ۱۸۰ °C (۸ °C/min)

- گاز حامل: هلیوم (۲/۵-۳ mL/min)

- ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متانول رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید یا که ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۰۲- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** 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.

#### محاسبات:

۳۰۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان واجذب) ۴- نیتروکلروبنزن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۳۰۱- محاسبه غلظت ( $C$ ) ۴- نیتروکلروبنزن 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:  $\mu\text{g/mL} = \text{mg/m}^3$

## الف-۱۱-نیتروزامین ها

دی متیل نیتروزامین	دی متیل نیتروزامین
فرمول شیمیایی: $(CH_3)_2N-N=O$	62-75-9 :CAS
وزن مولکولی: ۷۴/۱	IQ0525000 : RTECS
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 $20^{\circ}C$	
حدمجاز: OSHA: carcinogen      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:
- دی کلرومتان ؛ خلوص آزمایشگاهی - متانول ؛ خلوص آزمایشگاهی - محلول استاندارد دی متیل نیتروزامین - حلal و اجدب ؛ نسبت حجمی $1/3$ دی کلرومتان/مثانول - نیتروژن، خالص - اکسیژن، خالص، $99/99\%$ - ازن، خالص، $99/99\%$ - هوا، تصفیه شده و فشرده	وسایل و تجهیزات لازم:
- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 - پمپ نمونه برداری فردی با $2 \text{ L/min}$ , $0/2$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	

۱۲۲۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 رانیز 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" تعییه 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  $2 - 20 \text{ L/min}$  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 برو 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:**

- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

- ویال ها را برچسب گذاری کنید.

- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

- توسط سرنگ، لوله N/Thermosorb 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:**

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0.05 - 0.5 \mu\text{g/mL}$  میکرو گرم دی متیل نیتروزامین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد دی متیل نیتروزامین را در بالون ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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).

- 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 N/Thermosorb 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 کروماتو گراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): دی متیل نیتروزامین

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

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۵۵۰ °C - 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

- 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 گرهای:

##### 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
62-75-9 :CAS IQ0525000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{N}-\text{N}=\text{O}$ وزن مولکولی: ۷۴/۱
اسامی مترادف: n-نیتروزودی متیل آمین ؛ دی متیل نیتروزامین ؛ DMNA ؛ DMN ویژگی ها: مایع ؛ نقطه جوش ۱۵۱ °C ؛ فشار بخار ۲/۷ mmHg (۰/۳۶ kPa) در ۲۰ °C ؛ دانسیته ۱ g/mL در ۲۰ °C	
OSHA: carcinogen      NIOSH: suspected carcinogen      ACGIH: suspected carcinogen	حد مجاز:
	احتیاطات ویژه:
n-متیل-n-نیتروزومتانامین 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:
	-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- هوای تصفیه شده و فشرده
	وسایل و تجهیزات لازم:
	-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 دقیق ۲ L/min، 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 دربوش 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" تعییه 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  $2\text{--}1000 \text{ L/min}$  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:**

- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

- ویال ها را برچسب گذاری کنید.

- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

- توسط سرنگ، لوله N/Thermosorb 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.

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

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0.05 - 0.5 \text{ میکرو گرم n-متیل-n-نیتروزومتانامین}$  را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $\mu\text{g/mL} = 0.025 - 0.25$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $n\text{-متیل-n-نیتروزومتانامین}$  را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم  $n\text{-متیل-n-نیتروزومتانامین}$ ).

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

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $n\text{-متیل-n-نیتروزومتانامین}$  را مستقیماً به لوله N/Thermosorb تزریق کنید.

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

- محلول‌های 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-نیتروزو متانامین 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 گازکروماتوگراف و آنالیزور انژری گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): n-متیل-n-نیتروزو متانامین

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

- دمای تزریق: ۲۰۰ °C

- دمای آشکارساز: ۵۵۰ °C - 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

۴۰۷- 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.

۴۰۸- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرهای:

##### محاسبات:

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

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

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

n-نیتروزوپیرولیدین	N-nitrosopyrrolidine
فرمول شیمیایی: $C_4H_8N-N=O$	930-55-2 :CAS
وزن مولکولی: ۱۰۰/۱	UY1575000 : RTECS
اسامی مترادف: ۴-نیتروزوپینزولیدین؛ N-NPyr ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $214^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.09\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ، فشار بخار $20^{\circ}C$ در $0.072\text{ mmHg}$	PYRNA؛ NPYR؛ N-NPyr
حد مجاز: -	
احتیاطات ویژه:	
نیتروزوپیرولیدین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	- نیتروزوپیرولیدین
مواد و محلولهای لازم:	
- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۷۴	
- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی ۸۷۵	
- محلول استاندارد n-نیتروزوپیرولیدین ۸۷۶	
- حلال واجذب؛ نسبت حجمی $1/3$ دی کلرومتان/متانول ۸۷۷	
- نیتروژن، خالص ۸۷۸	
- اکسیژن، خالص، $99/99\%$ ۸۷۹	
- ازن، خالص، $99/99\%$ ۸۸۰	
- هواء، تصفیه شده و فشرده ۸۸۱	
وسایل و تجهیزات لازم:	
- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 ۱۲۴۲	
- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $2\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف ۱۲۴۳	

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 ۰/۰ میکرولیتری

۱۲۴۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۲۴۸- پیپ 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

#### نموفه 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 N/Thermosorb را از کیف آن برداشته و کیف رانگه 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" تعییه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.

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

۷۵۶- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲-۲ L/min 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 برچسب گذاری کنید.

-۴۷۶- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

-۴۷۷- توسط سرنگ، لوله N Thermosorb 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 واژذب  $0.5 \text{ mL/min}$  است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

-۴۴۴- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0.05\text{--}0.5 \text{ mg/mL}$  میکرو گرم  $n$ -نیتروزوپیرولیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.025\text{--}0.25 \mu\text{g/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $n$ -نیتروزوپیرولیدین را در بالان ژوژه‌ی 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  $n$ -نیتروزوپیرولیدین).

-۴۴۵- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از N Thermosorb مورد استفاده تعیین کنید.

- توسط یک سرنگ میکرو لیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $n$ -نیتروزوپیرولیدین را مستقیما به لوله N Thermosorb تزریق کنید.

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

- محلول های فوق را واژذب 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-نیتروزوپیرولیدین بازیافت شده ترسیم کنید.

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

#### اندازه گیری:

- ۴۰۹- دستگاه گازکروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): n-نیتروزوپیرولیدین

- 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

- ۴۱۰- 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.

- ۴۱۱- مساحت پیک را محاسبه کنید.

#### مداخله گرهای:

##### محاسبات:

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

- ۳۰۷- محاسبه غلظت n(C)-نیتروزوپیرولیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

1-Nitrosopynolodine	۱- نیتروزوپینولیدین
930-55-2 :CAS	فرمول شیمیایی: $C_4H_8N-N=O$
UY1575000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۰۰/۱
اسامی مترادف: n-نیتروزوپیرولیدین؛ N-NPyr؛ N-NPyr؛ PYRNA	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $214^{\circ}C$ ؛ دانسیته $1.09\text{ g/mL}$ در $20^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $20^{\circ}C$ در $0.072\text{ mmHg}$ (۱۰ Pa)
حدمجاز: -	
احتیاطات ویژه:	
۱- نیتروزوپینولیدین مظعون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	
مواد و محلولهای لازم:	
۸۸۲- دی کلرومتان ؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۸۳- متانول ؛ خلوص آزمایشگاهی	
۸۸۴- محلول استاندارد ۱- نیتروزوپینولیدین	
۸۸۵- حلal واجذب؛ نسبت حجمی $1/3$ دی کلرومتان/متانول	
۸۸۶- نیتروژن، خالص	
۸۸۷- اکسیژن، خالص، % ۹۹/۹۹	
۸۸۸- ازن، خالص، % ۹۹/۹۹	
۸۸۹- هوا، تصفیه شده و فشرده	
وسایل و تجهیزات لازم:	
۱۲۵۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000	
۱۲۵۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $2\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	

۱۲۵۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیpet 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" تعییه 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  $0.2 - 2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰ لیتر انجام دهید.

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

۷۶۷- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را برو 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:**

- نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.

- ویال ها برچسب گذاری کنید.

- درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.

- 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:**

- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0.05 - 0.5 \text{ μg/mL}$  میکرو گرم-۱ نیتروزوپینولیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.025 - 0.025 \text{ μg/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد ۱-نیتروزوپینولیدین را در بالان ژوژه‌ی 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).

- 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 ۱-نیتروزوپینولیدین 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 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:

- دستگاه گازکروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه): ۱- نیتروزوپینولیدین
  - جداساز: ۲ mL دی کلرومتان/امتنول 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 گرهای:

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

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

<b>n-نیتروزودی متیل آمین</b> فرمول شیمیایی: $(\text{CH}_3)_2\text{N}-\text{N}=\text{O}$ وزن مولکولی: ۷۴/۱ اسامی مترادف: n-متیل-n-نیتروزومتانامین؛ دی متیل نیتروزامین؛ DMNA؛ DMN ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $151^{\circ}\text{C}$ ؛ فشار بخار $2/7 \text{ mmHg}$ ( $0/36 \text{ kPa}$ ) در $20^{\circ}\text{C}$ ؛ دانسیته $1 \text{ g/mL}$ در $20^{\circ}\text{C}$ <b>حدمجاز:</b> OSHA: carcinogen    NIOSH: suspected carcinogen    ACGIH: suspected carcinogen <b>احتیاطات ویژه:</b> n-نیتروزو دی متیل آمین بر اساس طبقه بندي OSHA سرطان زا است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> -۸۹۰- دی کلرومتان؛ خلوص آزمایشگاهی -۸۹۱- متانول؛ خلوص آزمایشگاهی -۸۹۲- محلول استاندارد n-نیتروزودی متیل آمین -۸۹۳- حلال واجذب؛ نسبت حجمی $1/3$ دی کلرومتان/مثانول -۸۹۴- نیتروژن، خالص -۸۹۵- اکسیژن، خالص،٪ $99/99$ -۸۹۶- ازن، خالص،٪ $99/99$ -۸۹۷- هو، تصفیه شده و فشرده
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b> -۱۲۶۲- نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-2000 -۱۲۶۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی $0/2-2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

- ۱۲۶۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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؛ کنده، 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" تعییه 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 ۰/۲-۲ L/min 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  $0.5 \text{ mL/min}$  است.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

-۴۵۰ روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۰/۰۵ تا ۰/۵ میکرو گرم n-نیتروزودی متیل آمین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $0.025 - 0.025 \mu\text{g/mL}$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزودی متیل آمین را در بالن ژوژه‌ی 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-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 گازکروماتوگراف و آنالیزور انرژی گرمابی 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 گرهای:

##### محاسبات:

۳۱۰- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (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
59-89-2 :CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
QE7525000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۱۶/۱
اسامی متراالف: n-نیتروزومورفولین؛ NMOR؛	ویژگی ها: مایع / کریستال؛ نقطه جوش ۲۲۵ °C؛ نقطه ذوب ۲۹ °C
حدمجاز: -	
<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- هو، 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 ۰/۲- ۲ L/min	
۱۲۷۴- دستگاه گاز کروماتو گراف، 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 و ۱۰۰ میکرولیتری با درجه بندی ۰/۱ میکرولیتری
- ۱۲۷۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری
- ۱۲۷۸- پیپ 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 رانگه 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" تعییه 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  $0/2 - 2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰ 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- ویال‌ها را برچسب گذاری کنید.

-۴۸۸- درپوش قرمز سرنگ نمونه بردار را بردارید.

-۴۸۹- توسط سرنگ، لوله N/Thermosorb را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی  $1/3$ ) 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:

-۴۵۳- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0.05 - 0.5 \text{ میکرو گرم}$  نیتروزومورفولین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید ( $\mu\text{g/mL} / 0.025 - 0.25$ ).

- مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $-4$ -نیتروزومورفولین را در بالن ژوژه‌ی  $10 \text{ میلی لیتری}$  با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی  $1/3$ ) به حجم  $10 \text{ میلی لیتر}$  برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل  $1$  و  $2$  نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون رارسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم  $-4$  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  $-4$ -نیتروزومورفولین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.

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

- محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل  $1 - 4$ -آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل  $1 - 4$ - اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم  $-4$ -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 گازکروماتوگراف 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 °C - 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 خود کار به دستگاه تزریق کنید.

۴۲۰- مساحت پیک را محاسبه کنید.

### مداخله گرهای:

#### محاسبات:

۳۱۲- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (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	<b>n-نیتروزومورفولین</b>
59-89-2 :CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> N <sub>2</sub> O <sub>2</sub>
QE7525000 : RTECS	وزن مولکولی: ۱۱۶/۱
اسامی متادف: -۴-نیتروزومورفولین؛ NMOR؛ MORNA	ویژگی ها: مایع / کریستال؛ نقطه جوش ۲۲۵ °C؛ نقطه ذوب ۲۹ °C
حدمجاز:	-
احتیاطات ویژه:	-
-نیتروزومورفولین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.	-
مواد و محلولهای لازم:	-
-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- هواء، تصفیه شده و فشرده	-
وسایل و تجهیزات لازم:	-
-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 ۰/۲-۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف	-
-۱۲۸۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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- پیپت 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 N/Thermosorb را از کیف آن برداشته و کیف رانگه 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" تعییه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
- ۷۹۱- لوله N/Thermosorb را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- ۷۹۲- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین ۰/۲-۲ L/min برای عبور حجم هوای ۱۵ تا ۱۰۰ 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 N/Thermosorb 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- ویال‌ها را برچسب گذاری کنید.

-۴۹۲- درپوش قرمز سرنگ نمونه بردار را بردارید.

-۴۹۳- توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با ۲ میلی لیتر از حلال (دی‌کلرومتان/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 گستره‌ی  $0.05 - 0.5 \text{ میکرو گرم n}$  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 بالان ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال (دی‌کلرومتان/متانول با نسبت حجمی ۱/۳) به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد  $n$  نیتروزومورفولین را مستقیماً به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.

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

- محلول‌های 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 گازکروماتوگراف 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: ۶۰۰ °C - 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

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 C (n)-نیتروزومورفولین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

## الف-۱۲- نفتها

Mineral spirit	الكل معدني
8052-41-3 :CAS WJ89250000 : RTECS	فرمول شیمیایی: C <sub>9</sub> -C <sub>12</sub> اسامی متراوف: -
ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش ۱۵۰-۲۰۰ °C؛ فشار بخار ۲ mmHg NIOSH: 2900 mg/m <sup>3</sup> (500 ppm) ACGIH: 350 mg/m <sup>3</sup> , 1800 mg/m <sup>3</sup> C	حمدجاز: ۰/۲۷۵۸ kPa (۱۵ °C در ۰/۷۷ g/mL دانسیته در ۲۰ °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>	
۹۱۴- 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.	
۹۱۵- نمونه بالک الكل معدني	
۹۱۶- نیتروژن یا هلیوم ، خالص	
۹۱۷- هیدروژن، خالص	
۹۱۸- هوا، تصفیه شده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	
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 محتوى لوله قرار	

گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  باید از  $3/4 \text{ kPa}$  بیشتر شود.  
لوله ها در بازار موجود می باشند.

-۱۲۹۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2 \text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

-۱۲۹۴- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، و ستون

-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  $1/0$  میکرولیتری

-۱۲۹۷- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

-۱۲۹۸- پیپت  $10$  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 سریعا 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  $0/2 \text{ L/min}$  -  $0/1 \text{ L/min}$  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 دقیق انتقال بسته بندی کنید.  $5$  تا  $10$  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 بیندید.

-۴۹۶- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

-۴۵۹- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۱/۰ تا ۱۰ میلی گرم الکل معدنی را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از نمونه بالک الکل معدنی در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 فعل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مراحله 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.

- محلول‌های 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 بازیافت 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تعزیز): الکل معدنی
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- حجم تزریق: ۵ µL (برای ستون موئین ۰/۱ - ۱ µL)
- دمای تزریق: ۲۰۰ - ۲۵۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۲۵۰ - ۲۵۰ °C/min (۵ - ۸ °C/min)
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
- ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حال رقیق کرده و مجددا 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 بر حسب 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۳۱۷- محاسبه غلظت (C) الکل معدنی در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

بنزین	benzin
فرمول شیمیایی: C <sub>5</sub> -C <sub>6</sub>	8032-32-4 :CAS OI6180000 : RTECS
اسامی مترادف: Petroleum ether	ویژگی ها: هیدروکربن آلیفاتیک؛ گستره جوش ۳۰-۶۰ °C؛ فشار بخار ۱۰۰ mmHg در ۱۵ °C (۱۳ kPa) در ۲۰ °C؛ دانسیته ۰,۶۳ g/mL در ۰ °C
حد مجاز:	OSHA:- NIOSH:- ACGIH: 350 mg/m <sup>3</sup> , 1800 mg/m <sup>3</sup> C
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:	<p>۹۱۹- حلal: 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>نکته: می توانید از تولوئن بجای کربن دی سولفید استفاده کنید.</p> <p>۹۲۰- نمونه بالک بنزین</p> <p>۹۲۱- نیتروژن یا هلیوم، خالص</p> <p>۹۲۲- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۲۳- هوا، تصفیه شده</p>
وسایل و تجهیزات لازم:	<p>۱۲۹۹- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول ۷ cm، قطر خارجی ۶ mm و قطر داخلی ۴ mm</p> <p>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. نشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  باید از  $3/4\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۰۰- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01$  ، 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  $10\text{ mL}$  میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی  $0/1\text{ mL}$  میکرولیتری

۱۳۰۴- بالن ژوژه  $10\text{ mL}$  میلی لیتری

۱۳۰۵- پیپت  $10\text{ mL}$  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  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5\text{ mL}$  گرم بنزین باشد انجام دهید.

۸۰۳- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.  $5\text{ mL}$  تا  $10\text{ mL}$  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 بیندید.

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

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

- ۴۶۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۱/۰ تا ۱۰ میلی گرم بنزین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک بنزین در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲و۱).
  - 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 نمونه 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 اجذب 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 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 اجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

### اندازه گیری:

- ۴۲۶- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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 $1\text{--}10\text{/}\mu\text{L}$ )
- دمای تزریق: $250^\circ\text{C}$ - $200^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز: $300^\circ\text{C}$ - $250^\circ\text{C}$
- دمای ستون: $250^\circ\text{C}$ - $5^\circ\text{C}/\text{min}$
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ( $30\text{ mL/min}$ )
- ستون: شیشه ای $10\%$ SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدد 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 گروه‌ها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می‌شوند می‌توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۱۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان و اخذ) بنزین موجود در بخش جلویی (W<sub>b</sub>) و عقبی (W<sub>f</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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

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

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

قطران ذغال سنگ	Coal tar naphtha
فرمول شیمیایی: C <sub>8</sub> -C <sub>10</sub>	8030-30-6 :CAS
اسامی مترادف: -	DE3030000 : RTECS
ویژگی ها: هیدروکربن آромاتیک؛ گستره جوش ۱۹۰-۱۱۰ °C؛ فشار بخار کمتر از ۵ mmHg در ۰°C؛ دانسیته ۰/۸۶ g/mL در ۰/۷ kPa (۰/۷ mmHg)	
حدمجاز:	OSHA: 400 mg/m <sup>3</sup> (100 ppm) ACGIH: 400 mg/m <sup>3</sup> (100 ppm)
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:	<p>۹۲۴- 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>۹۲۵- نمونه بالک قطران ذغال سنگ</p> <p>۹۲۶- نیتروژن یا هلیوم، خالص</p> <p>۹۲۷- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۲۸- هوای تصفیه شده</p>
وسایل و تجهیزات لازم:	<p>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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min باید از <math>\frac{3}{4}</math> kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>

۱۳۰۷- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/0\text{ L/min}$  ، 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 دربوش پیچ دار PTFE

۱۳۱۰- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های

مناسب؛ با درجه بندی  $0/0$  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 دو طرف 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  $0/0\text{ L/min}$  تا  $0/0\text{ mL}$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/0$  تا  $8$  میلی گرم قطران ذغال سنگ باشد انجام دهید.

۸۰۷- دربوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.  $5$  تا  $10$  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 دربوش آن را ببندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۶۵- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره  $1/0$  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 ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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.
  - محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۳-۱ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): قطران ذغال سنگ

- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید
- حجم تزریق: ۵ µL (برای ستون موئین ۰/۱ - ۱ µL)
- دمای تزریق: ۲۵۰ - ۲۶۰ °C
- دمای آشکارساز: ۲۵۰ - ۳۰۰ °C
- دمای ستون: ۲۵۰ - ۲۶۰ °C (۵ - ۸ °C/min)
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۳۰ mL/min)
- ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۲۹- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک قطران ذغال سنگ 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:

۳۲۰- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) قطران ذغال سنگ 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

۳۲۱- محاسبه غلظت (C) قطران ذغال سنگ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

نفت چراغ	kerosene
فرمول شیمیایی: C <sub>9</sub> -C <sub>16</sub>	8008-20-6 :CAS
اسامی متراوف: نفت سفید	OA5500000 : RTECS
ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش ۳۲۵-۱۷۵ °C؛ دانسیته ۰/۸ g/mL در ۱۵ °C	
حد مجاز:	OSHA:- NIOSH:- ACGIH: 100 mg/m <sup>3</sup>
احتیاطات ویژه:	کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - ۳۰ °C)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	<p>۹۲۹- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی ۰/۰٪ حجمی اکتان، ۰/۵٪ حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب</p> <p>نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزو تشکیل دهنده نمونه نباشد.</p> <p>۹۳۰- نمونه بالک نفت چراغ</p> <p>۹۳۱- نیتروژن یا هلیوم، خالص</p> <p>۹۳۲- هیدروژن، خالص</p> <p>۹۳۳- هوا، تصفیه شده</p>
وسایل و تجهیزات لازم:	<p>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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min باید از ۳/۴ kPa بیشتر شود.</p> <p>لوله ها در بازار موجود می باشند.</p>

۱۳۱۴- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01$  ، به همراه لوله های رابط قابل

#### انعطاف

۱۳۱۵- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۱۶- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۱۷- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری

۱۳۱۸- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۱۹- پیپت ۱۰ میلی لیتری

#### نمونه برداری:

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

۸۰۹- 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.

۸۱۰- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/01$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8$  میلی گرم نفت چراغ باشد انجام دهید.

۸۱۱- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.  $5$  تا  $10$  میلی لیتر نمونه بالک نفت چراغ را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.

#### آماده سازی:

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

۵۰۴-  $1\text{ mL}$  حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۶۸- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره ای  $1/10$  تا  $10$  میلی گرم نفت چراغ را در

هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت چراغ در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با حلال به حجم ۱۰ میلی لیتر برسانید.
  - محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲ و ۳ 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 غلطنت 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 ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
  - محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳-۴ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت(ماده مورد تجزیه): نفت چراغ
  - جداساز:  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید

- حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$  (برای ستون موئین  $0.1 - 1 \mu\text{L}$ )
- دمای تزریق:  $200 - 250^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $250 - 300^\circ\text{C}$
- دمای ستون:  $5 - 250^\circ\text{C}/\text{min}$
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ( $30 \text{ mL/min}$ )
- ستون: شیشه ای  $10\%$  SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید یا یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.  
 ۴۳۱- مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت چراغ 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:

۳۲۲- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت چراغ 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.

۳۲۳- محاسبه غلظت (C) نفت چراغ در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

Petroleum naphtha	نفت خام
8002-05-9 :CAS SE7449000 : RTECS	فرمول شیمیایی: $C_6-C_8$ اسامی مترادف: Petroleum distillates mixture ویژگی ها: گستره جوش $30 - 238^\circ C$ ؛ فشار بخار $40 \text{ mmHg}$ ( $5 \text{ kPa}$ ) در $20^\circ C$ ؛ دانسیته $0.8 \text{ g/mL}$ در $15^\circ C$
OSHA: $2000 \text{ mg/m}^3$ ACGIH: $350 \text{ mg/m}^3$ , $1800 \text{ mg/m}^3$ C	حدمجاز: NIOSH: -
<b>احتیاطات و پیش:</b> کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است ( $FP = -30^\circ C$ )؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> ۹۳۴- حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی $0.1\%$ حجمی اکتان، $0.5\%$ حجمی هگزاد کان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزو 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 $7 \text{ cm}$ ، قطر خارجی $6 \text{ mm}$ و قطر داخلی $4 \text{ mm}$ ؛ حاوی دو بخش ذغال فعال (قسمت جلویی: $100 \text{ mg}$ ، قسمت عقبی: $50 \text{ mg}$ ) که توسط یک لایه $2 \text{ میلی متری}$ 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.

۱۳۲۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/2\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل

#### انعطاف

۱۳۲۲- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 (میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری

۱۳۲۵- بالن ژوژه  $10\text{ میلی لیتری}$

۱۳۲۶- پیpet  $10\text{ میلی لیتری}$

#### 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 سریعا بشکنید 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  $0/2\text{ L/min}$  -  $0/0\text{ L/min}$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8\text{ میلی گرم}$  نفت خام باشد انجام دهید.

۸۱۵- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.  $5$  تا  $10\text{ میلی لیتر}$  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 گستره‌ی ۱۰/۰ تا ۱۰ میلی گرم نفت خام را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت خام در بالن ژوژه‌ی 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 (مراحل 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 ۱-۳-۴ 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 بازیافت 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با

استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): نفت خام
- جداساز: ۱ mL کربن دی سولفید یا تولوئن
- حجم تزریق: ۵  $\mu\text{L}$  (برای ستون موئین  $10\text{ }\mu\text{L}$  -  $1\text{ }\mu\text{L}$ )
- دمای تزریق:  $250^{\circ}\text{C} - 200^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C} - 300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $250^{\circ}\text{C} - 25^{\circ}\text{C/min}$  ( $25^{\circ}\text{C}$ )
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ( $30\text{ mL/min}$ )
- ستون: شیشه ای  $10\%$  SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1) یا انواع مشابه

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدد 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 گروه‌ها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کامالی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گازکروماتوگرافی شسته می‌شوند می‌توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

۳۲۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت خام 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

۳۲۵- محاسبه غلظت (C) نفت خام در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

نفت سفید	kerosine
فرمول شیمیایی: C <sub>9</sub> -C <sub>16</sub>	8008-20-6 :CAS
اسامی مترادف: نفت چراغ	OA5500000 : RTECS
ویژگی ها: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش ۳۲۵-۱۷۵ °C؛ دانسیته ۰/۸ g/mL در ۱۵ °C	
حدمجاز:	OSHA:- NIOSH:- ACGIH: 100 mg/m <sup>3</sup>
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:	
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	
وسایل و تجهیزات لازم:	
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  $0/2\text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل

#### انعطاف

۱۳۲۹- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۳۰- ویال های شیشه ای، ۲ میلی لیتری با دربوش پیچ دار PTFE

۱۳۳۱- سرنگ های ۱۰ میکرولیتری (۱۰ میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های

مناسب؛ با درجه بندی  $0/1$  میکرولیتری

۱۳۳۲- بالن ژوژه  $10\text{ ml}$  میلی لیتری

۱۳۳۳- پیپت  $10\text{ ml}$  میلی لیتری

#### نمونه برداری:

۸۱۶- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز 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  $0/2\text{ L/min}$  تا  $0/1\text{ L/min}$  برای حجم نمونه ای که حاوی  $0/5$  تا  $8\text{ ml}$  گرم نفت سفید باشد انجام دهید.

۸۱۹- دربوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.  $5\text{ ml}$  تا  $10\text{ ml}$  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 دربوش آن را بیندید.

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

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۷۴- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره  $0/1$  تا  $10\text{ ml}$  گرم نفت سفید را در

هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت سفید در بالن ژوژه 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 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 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 ۱-۳-۴ 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.
- آنالیت (ماده مورد تجزیه): نفت سفید
  - جداساز:  $1 \text{ mL}$  کربن دی سولفید

- حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$  (برای ستون موئین  $1 \mu\text{L}$  -  $0.1 \mu\text{L}$ )
- دمای تزریق:  $200^{\circ}\text{C} - 250^{\circ}\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $250^{\circ}\text{C} - 300^{\circ}\text{C}$
- دمای ستون:  $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  ( $5^{\circ}\text{C} - 250^{\circ}\text{C}$ )
- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم ( $30 \text{ mL/min}$ )
- ستون: شیشه ای  $10\%$  SP-2100 on Supelcoport ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.  
نکته ۲: مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت سفید را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.

**مداخله گروه‌ها:** اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گاز کروماتوگرافی شسته می‌شوند می‌توانند ایجاد تداخل کنند.

#### محاسبات:

نکته ۳: جرم بر حسب 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 ۴: اگر  $W_b > W_f/10$ ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می‌رود.

نکته ۵: 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	اسید فرمیک
64-18-6 :CAS	فرمول شیمیایی: HCOOH
LQ4900000 :RTECS	وزن مولکولی: ۴۶/۰۳
	اسامی متراوف: 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	حد مجاز: ACGIH: 5 ppm
	OSHA: 5 ppm
	<b>احتیاطات ویژه:</b>
	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.
	<b>مواد و محلولهای لازم:</b>
	۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
	۲- آب مقطر دیونیزه
	۳- هیدروکسید سدیم، ۵٪ (وزنی/حجمی)
	۴- محلول استخراج، $0/2 \text{ NH}_4\text{OH}$ مولار
	۵- حلal: $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot 2/5 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$ گرم مولار؛ $3/82$ میلی مولار را در ۱ 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-  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{H}_2\text{O}$  ۱۴۵ گرم 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 دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش ۲۰/۴۰ 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 محتوى 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 (ORBO-53, Supelco) یا انواع مشابه). پیش فیلتر پلی ترافلورو اتیلن (PTFE) ۲۵ میلی متری ، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار
- ۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۵-۰/۲ L/min ، 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 درپوش پلاستیکی
- ۵- سرنگ های پلاستیکی ۱۰ میلی لیتری
- ۶- فیلتر های سرنگ ، ۱۳ میلی متری و پورسايز ۴۵/۰ میکرونى
- 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 بوداری:**

- 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  $0.05 - 0.2 \text{ L/min}$  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 فرار 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 دبویزه به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل بیندید.
- 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 مججهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.

**کالیبراسیون و کنترل کیفی:**

- ۱- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۲ تا  $100 \text{ میکرو گرم از آنیون}$  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 ۱۰ mL نمونه).

نکته: ضریب تبدیل مقابله را بکار گیرید:

$$1 \mu\text{g formate} = 1.022 \mu\text{g formic acid}$$

- 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.
- 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:

- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
  - آنالیت (ماده مورد تجزیه) یون فرمات
  - حلal: ۲/۵ Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>. 10 H<sub>2</sub>O میلی مولار (۲ mL/min)
  - جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه
  - حجم تزریق: ۵۰ μL
  - ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator
  - ۵۰ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی ۳-۲ نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.
- نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط ۱۰ H<sub>2</sub>O میلی مولار بشوئید.
- 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، مجددا 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) اسید فرمیک در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

آذابنزن	azabenzene
فرمول شیمیایی: C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> N	110-86-1 :CAS
وزن مولکولی: ۷۹/۱	UR8400000 : RTECS
اسامی متداول: پیریدین؛ آذابنزن ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۱۵ °C؛ نقطه ذوب -۴۲ °C؛ فشار بخار ۱۸ mmHg (۰/۹۸۲ g/mL در ۲۰ °C)؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۲/۴ درصد حجمی در هوا	
حدمجاز: OSHA: 5 ppm      NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide      ACGIH: 5 ppm	
<b>احتیاطات ویژه:</b>	
آذابنزن در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و جسم 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 <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> )؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۴۵- آذابنزن؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۴۶- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۴۷- محلول استوک راندمان و اجدب، ۳۰۰ mg/mL؛ ۳ گرم (معادل ۳/۱ میلی لیتر) آذابنزن را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید. ۹۴۸- نیتروژن، خالص ۹۴۹- هیدروژن، خالص ۹۵۰- هوای تصفیه شده و فشرده	
<b>وسایل و تجهیزات لازم:</b>	
۱۲۳۴- 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 نار گیل (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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  باید از  $\frac{3}{4}\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

**۱۳۳۵ - پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1\text{ L/min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف**

**۱۳۳۶ - دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $1/0$  میکرولیتری**

**۱۳۳۹ - بالن زوژه 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 - قل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.**

**۸۲۲ - نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $1\text{ L/min}$  -  $10\text{ L/min}$  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 - محتوى بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.**

۵۱۳- mL از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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

۵۱۴- ویال‌ها 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 گستره‌ی  $0/0\text{~}4/5$  میلی گرم آزابتن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از آزابتن را در بالن ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.

نکته: در صورت لزوم می‌توانید با رقیق سازی مرحله‌ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره  $4/5\text{~}4/0\text{~}2$  mg/mL آماده کنید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۲۱ و ۲۰ نمونه برداری).

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آزابتن).

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 منتخبابی و سه شاهد آماده کنید.

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

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (۲۰ 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.

- محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۲۱ و ۲۰ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم آزابتن بازیافت 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:**

- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت(ماده مورد تجزیه): آزابتن

- جداساز: ۱ میلیون کلرايد

- حجم تزریق: ۵  $\mu\text{L}$

- 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 میلیون کلرايد رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** -**محاسبات:**

- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آزابتن 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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

- محاسبه غلظت (C) آزابتن 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
فرمول شیمیایی: $C_5H_5N$	110-86-1 :CAS
وزن مولکولی: ۷۹/۱	UR8400000 : RTECS
اسامی مترادف: پیریدین؛ آزابنز	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش $115^{\circ}C$ ؛ نقطه ذوب $42^{\circ}C$ ؛ فشار بخار $18\text{ mmHg}$ 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
حد مجاز: OSHA: 5 ppm NIOSH: 5 ppm; Group III Pesticide ACGIH: 5 ppm	احتیاطات ویژه:
آزین در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست و چشم می‌تواند موجب آسیب به سیستم عصبی مرکزی شود، همچنین میتواند آسیب کبدی و کلیوی را به همراه داشته باشد. متیلن کلراید مظنون به سرطانزایی است.	مواد و محلولهای لازم:
-۹۵۱- متیلن کلراید ( $CH_2Cl_2$ )؛ خلوص کروماتوگرافی -۹۵۲- آزین؛ خلوص آزمایشگاهی -۹۵۳- هگران؛ خلوص کروماتوگرافی -۹۵۴- محلول استوک راندمان واجذب، $300\text{ mg/mL}$ ؛ ۳ گرم (معادل $3/1$ میلی لیتر) آزین را وزن کرده و در بالن ژوژه $10\text{ میلی لیتری}$ با هگران به حجم برسانید. -۹۵۵- نیتروژن، خالص -۹۵۶- هیدروژن، خالص -۹۵۷- هوا، تصفیه شده و فشرده	وسایل و تجهیزات لازم:
-۱۳۴۲- 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 نار گیل 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{L}/\text{min}$  بنا بر از  $1/4\text{kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

-۱۳۴۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1\text{L}/\text{min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

-۱۳۴۴- دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $0/1$  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 سریعا 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  $1\text{L}/\text{min}$  -  $0/1$  برای عبور حجم هوای  $18$  تا  $150$  لیتر انجام دهید.

-۸۲۷- درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

#### **آماده سازی:**

-۵۱۵- محتوى بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.

- ۵۱۶- از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.  
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 گسترهٔ  $0/۳$  تا  $۴/۵$  میلی گرم آزین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از آزین را در بالان ژوژهٔ  $۱۰$  میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.
- نکته: در صورت لزوم می‌توانید با رقیق سازی مرحله‌ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گسترهٔ  $۴/۵$  mg/mL -  $۰/۰۲$  آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ نمونه برداری).
  - منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم آزین).
- ۴۸۱- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعل مورد استفاده در نمونه برداری در گسترهٔ 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.
  - محلول‌های 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 آزین بازیافت 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش سستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): آزین

جداساز: ۱ mL متیلن کلراید -

حجم تزریق: ۵  $\mu\text{L}$  -

دماهی تزریق: ۲۶۰ °C -

دماهی آشکارساز: ۲۸۵ °C -

دماهی 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 مجددا 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<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 نشست کرده و نمونه از دست می رود.

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

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

پیریدین	pyridine
فرمول شیمیابی: C <sub>5</sub> H <sub>5</sub> N	110-86-1 :CAS
وزن مولکولی: ۷۹/۱	UR8400000 : RTECS
اسامی مترادف: آزین؛ آزابتزن	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۱۱۵ °C؛ نقطه ذوب -۴۲ °C؛ فشار بخار ۱۸ mmHg در ۰ °C در ۰/۹۸۲ g/mL؛ گستره انفجار ۱/۸ تا ۱۲/۴ درصد حجمی در هوا
حد مجاز: OSHA: 5 ppm	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 <sub>2</sub> Cl <sub>2</sub> )؛ خلوص کروماتوگرافی	
۹۵۹- پیریدین؛ خلوص آزمایشگاهی	
۹۶۰- هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی	
۹۶۱- محلول استوک راندمان واجذب، ۳۰۰ mg/mL؛ ۳ گرم (معادل ۳/۱ میلی لیتر) پیریدین را وزن کرده و در بالن ژوژه ۱۰ 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 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 نار گیل (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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

**۱۳۵۱- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $1\text{ L/min}$  ، 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  $1/0$  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 سریعا 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  $1\text{ L/min}$  -  $10\text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای  $18$  تا  $150$  لیتر انجام دهید.**

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

#### آماده سازی:

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

- ۵۱۹- mL ۱ از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال‌ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.
- نکته: در این مرحله می‌توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند تولوئن را نیز اضافه کنید.
- ۵۲۰- ویال‌ها 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 گسترهٔ  $0/0/3$  تا  $4/5$  میلی گرم پیریدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
- مقدار مشخصی از پیریدین را در بالن ژوژهٔ ۱۰ میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.
- نکته: در صورت لزوم می‌توانید با رقیق سازی مرحله‌ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره  $4/5$  mg/mL  $- 0/0/2$  آماده کنید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 (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.
  - محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳) 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:  $1 \text{ mL}$  متیلن کلراید

- حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$

- دمای تزریق:  $260^\circ\text{C}$

- دمای آشکارساز:  $285^\circ\text{C}$

- دمای ستون:  $140^\circ\text{C}$

- گاز حامل: نیتروژن ( $30 \text{ mL/min}$ )

- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با متیلن کلراید رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

-۴۴۱- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:****محاسبات:**

-۳۳۲- جرم بر حسب  $\text{mg}$  (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
109-99-9 :CAS	فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O
LU5950000 : RTECS	وزن مولکولی: ۷۲/۱۱
اسامی متراوdf: دی اتیلن اکساید؛ THF	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۶۶ °C؛ نقطه ذوب ۱۰۸ °C-؛ فشار بخار ۱۴۵ mmHg در ۲۰ °C در ۰/۸۸۶ g/mL (۱۹/۳ kPa)
حدمجاز: OSHA: 200 ppm	حجمی در هوا
حدمجاز: NIOSH: 200 ppm; 250 ppm STEL	احتیاطات ویژه:
حدمجاز: ACGIH: 200 ppm; 250 ppm STEL	تتراهیدروفوران و کربن دی سولفید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار هستند (نقطه اشتعال به ترتیب ۱۷- و ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	۹۶۵- کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۶۶- تتراهیدروفوران؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۶۷- نیتروژن، خالص ۹۶۸- هیدروژن، خالص ۹۶۹- هوا، تصفیه شده و فشرده
وسایل و تجهیزات لازم:	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 فعل 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 عقیقی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هواي عبوری از لوله در دبی  $1\text{ L/min}$  نباید از  $\frac{3}{4}\text{ kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۵۹- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.01 - 0.02\text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۶۰- دستگاه گازکروماتوگراف، 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 سریعا 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  $0.01 - 0.02\text{ L/min}$  برای عبور حجم هواي 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 عقیقی 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 بیندید.

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 ای  $0/05 - 0/13$  میلی گرم تراهیدروفوران

را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از تراهیدروفوران را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غاظت‌های در گستره  $26\text{ mg/mL}$  تراهیدروفوران به حجم برسانید.
- محلول فوق را به همراه نمونه‌های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).
- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میلی گرم تراهیدروفوران).

- ۴۸۷- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مراحله ۱ کالیبراسیون). سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلط 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  $20\text{ میکرولیتر}$ ) از تراهیدروفوران یا محلول استاندارد تراهیدروفوران 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.
  - محلول‌های 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 تراهیدروفوران بازیافت شده ترسیم کنید.

- ۴۸۸- 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:

- ۴۴۲- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تراهیدروفوران
- جداساز: $0.5 \text{ mL}$ کربن دی سولفید
- حجم تزریق: $5 \mu\text{L}$
- دمای تزریق: $190^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز: $250^\circ\text{C}$
- دمای ستون: $185^\circ\text{C}$
- گاز حامل: نیتروژن ( $30 \text{ mL/min}$ )
- ستون: فولاد ضدزنگ

نکته ۱: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

-۴۴۳- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گروها:** 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 پلیمرهای متخلخل را در خود حل می کند.

#### محاسبات:

-۳۳۴- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) تراهیدروفوران 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) تراهیدروفوران در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

دی اتیلن اکساید	di ethylene oxide
فرمول شیمیایی: C <sub>4</sub> H <sub>8</sub> O	109-99-9 :CAS
وزن مولکولی: ۷۲/۱۱	LU5950000 : RTECS
اسامی متراوف: تراهیدروفوران؛ THF	
ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۶۶ °C؛ نقطه ذوب ۱۰۸ °C؛ فشار بخار ۱۴۵ mmHg در ۲۰ °C؛ دانسیته ۰/۸۸۶ g/mL در ۰ °C؛ گستره انفجار ۲ تا ۱۱/۸ درصد حجمی در هوا	ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۶۶ °C؛ نقطه ذوب ۱۰۸ °C؛ فشار بخار ۱۴۵ mmHg در ۲۰ °C؛ دانسیته ۰/۸۸۶ g/mL در ۰ °C؛ گستره انفجار ۲ تا ۱۱/۸ درصد حجمی در هوا
حد مجاز:	OSHA: 200 ppm
حد مجاز:	NIOSH: 200 ppm; 250 ppm STEL
حد مجاز:	ACGIH: 200 ppm; 250 ppm STEL
احتیاطات ویژه:	دی اتیلن اکساید و کربن دی سولفید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار هستند (نقطه اشتعال به ترتیب ۱۷- و ۳۰- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود دارای سیستم تهویه مناسب با آنها کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	۹۷۰- کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی ۹۷۱- دی اتیلن اکساید؛ خلوص آزمایشگاهی ۹۷۲- نیتروژن، خالص ۹۷۳- هیدروژن، خالص ۹۷۴- هوای تصفیه شده و فشرده
وسایل و تجهیزات لازم:	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 نار گیل (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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هواي عبوری از لوله در دبی  $1\text{L}/\text{min}$  نباید از  $\frac{3}{4}\text{kPa}$  بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

۱۳۶۶- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0.01 - 0.02\text{ L}/\text{min}$  ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۶۷- دستگاه گازکروماتوگراف، 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  $1/10$  میکرولیتری

۱۳۷۰- بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری

۱۳۷۱- پیپت  $0.05\text{ ml}$  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 دوطرفه نمونه بردار را سریعا بشکنید 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  $0.01 - 0.02\text{ L}/\text{min}$  برای عبور حجم هواي ۱ تا ۹ لیتر انجام دهید.

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

#### آماده سازی:

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

۵۲۵-  $0.05\text{ mL}$  کربن دی سولفید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را بیندید.

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 ای  $0.05 - 0.13\text{ ml}$  گرم دی اتیلن اکساید

را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از دی اتیلن اکساید را در بالون ژوژه‌ی ۱۰ میلی لیتری با کربن دی سولفید برای تهیه غلظت‌های در گستره  $26\text{ mg/mL} - 0.1$  دی اتیلن اکساید به حجم برسانید.

- محلول فوق را به همراه نمونه‌های 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 نمونه 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 گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): دی اتیلن اکساید
- جداساز:  $0.5 \text{ mL}$  کربن دی سولفید
- حجم تزریق:  $5 \mu\text{L}$
- دمای تزریق:  $190^\circ\text{C}$
- دمای آشکارساز:  $250^\circ\text{C}$
- دمای ستون:  $185^\circ\text{C}$
- گاز حامل: نیتروژن ( $30 \text{ mL/min}$ )
- ستون: فولاد ضدزنگ

**نکته ۱:** اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدد 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 نشت نمونه باشد. ممکن است ستون برای تعداد زیاد نمونه ها مناسب نباشد. کربن دی سولفید برخی از پلیمرهای متخلخل را در خود حل می کند.

#### محاسبات:

۴۴۶- جرم بر حسب  $\text{mg}$  (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 نشت کرده و نمونه از دست می رود.

۴۴۷- محاسبه غلظت ( $C$ ) دی اتیلن اکساید در حجم هوای نمونه برداری شده ( $V$ ) بر حسب لیتر:

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

<b>dithiocarbonic anhydride</b> <b>75-15-0 :CAS</b> <b>FF6650000 : RTECS</b>	<b>دی تیوکربنیک اندیدرید</b> <b>فرمول شیمیایی:</b> CS <sub>2</sub> <b>وزن مولکولی:</b> ۷۶/۱۴ <b>اسامی مترادف:</b> کربن دی سولفید ۳۰۰ mmHg ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۵/۴۶ °C؛ نقطه ذوب -۱۱۲ °C؛ فشار بخار در ۲۰ °C در ۴۰ kPa (۱/۲۶۳ g/mL)؛ دانسیته ۲۰ °C؛ گستره انفجار ۱ تا ۵۰ درصد حجمی در هوا
<b>OSHA:</b> 20 ppm; 30 ppm C <b>NIOSH:</b> 1 ppm; 10 ppm STEL (skin) <b>ACGIH:</b> 10 ppm (skin)	<b>حدمجاز:</b>
<b>احتیاطات ویژه:</b> دی تیوکربنیک اندیدرید سمی بوده و شدیداً قابل انفجار و حریق است (نقطه اشتعال -۳۰ درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود با آن کار کنید.	
<b>مواد و محلولهای لازم:</b> <ul style="list-style-type: none"> <li>-۹۷۵ تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی</li> <li>-۹۷۶ دی تیوکربنیک اندیدرید؛ خلوص کروماتوگرافی</li> <li>-۹۷۷ محلول استوک کالیبراسیون، mg/µL: ۰/۰۲۵۳، ۰/۰۲۵۳، ۰/۰۲۵۳ (معادل ۰/۰۲ میلی لیتر در ۲۰ °C) دی تیوکربنیک اندیدرید را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.</li> <li>-۹۷۸ اکسیژن، خالص</li> <li>-۹۷۹ نیتروژن یا هلیوم، خالص</li> <li>-۹۸۰ هیدروژن، خالص</li> </ul>	

۹۸۱- هو، 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 در ۰ 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱ L/min بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند

۱۳۷۳- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۱ L/min - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف

۱۳۷۴- لوله های PTFE با قطر داخلی ۵ mm

۱۳۷۵- کیسه های یخ، صفر درجه سانتیگراد

۱۳۷۶- دستگاه گاز کروماتو گراف، 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 برداشت:**

-۸۴۰- پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار رانیز به پمپ متصل کنید.

-۸۴۱- 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. 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  $0.01\text{--}0.02 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای ۲ تا  $25 \text{ لیتر}$  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 ایندرید به بخش عقبی لوله جاذب، نمونه ها را خنک نگه دارید (صفر درجه سانتیگراد). درپوش انتهای 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 ایندرید 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 بیندید.

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

-۵۲۹- ویال ها را به مدت  $30$  دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها و استاندارها، آن ها را به دور از هر گونه منبع دی تیوکربنیک ایندرید نگه دارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

-۴۹۲- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی  $0/05$  تا  $0/05$  میلی‌گرم دی تیوکربنیک انیدرید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبر کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه‌ی  $10$  میلی‌لیتری برای تهیه غلظت‌هایی در گستره  $L = 0/05 - 0/05$  mg/mL دی تیوکربنیک انیدرید، با تولوئن به حجم برسانید.

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

- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید ( $^{1/2}$ [مساحت پیک] در برابر میلی‌گرم دی تیوکربنیک انیدرید).

نکته: آشکارساز شعله‌ای-فوتومتریک گستره خطی کمی دارد. ممکن است استاندارهای کاربردی بیشتری مورد نیاز باشد.

-۴۹۳- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.

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

- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی ( $1$  تا  $20$  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.

- محلول‌های فوق را واجذب کرده (مراحل ۱-۳-۴ آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل ۱ و ۲ اندازه گیری).

- نموداری از راندمان جذب در برابر میلی‌گرم 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 تیو کربنیک ایندیرید در هر نمونه)، راندمان واجذب ممکن است کم و متغیر باشد.

### اندازه گیری:

۴۴۶- دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خود کار 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 دی تیو کربنیک ایندیرید: 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: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، بخشی از نمونه واجذب شده را با تولوئن رقیق کرده و مجدد آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

۴۴۷- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرهای:** بخار آب یک مداخله گر بالقوه است که توسط لوله رطوبت گیر حذف می شود.

### محاسبات:

۴۴۸- جرم بر حسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی تیو کربنیک ایندیرید 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 تیوکربینیک ایدرید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

کربن دی سولفید	Carbon disulfide
فرمول شیمیایی: CS <sub>2</sub>	75-15-0 :CAS
وزن مولکولی: ۷۶/۱۴	FF6650000 : RTECS
اسامی متراffد: دی تیوکربنیک ایندرید ویژگی ها: مایع؛ نقطه جوش ۴۶/۵ °C؛ نقطه ذوب ۱۱۲ °C؛ فشار بخار ۳۰۰ mmHg در ۴۰ °C در ۱/۲۶۳ g/mL؛ گستره انفجار ۱ تا ۵۰ درصد حجمی در هوا	۳۰۰ mmHg در ۲۰ °C؛ دانسیته ۱/۲۶۳ g/mL در ۲۰ °C؛ گستره انفجار ۱ تا ۵۰ درصد حجمی در هوا
حد مجاز:	OSHA: 20 ppm; 30 ppm C NIOSH: 1 ppm; 10 ppm STEL (skin) ACGIH: 10 ppm (skin)
احتیاطات ویژه:	کربن دی سولفید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار و حریق است (نقطه اشتعال ۳۰ درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود با آن کار کنید.
مواد و محلولهای لازم:	- تولوئن؛ خلوص کروماتوگرافی - کربن دی سولفید؛ خلوص کروماتوگرافی - محلول استوک کالیبراسیون، mg/µL (معادل ۰/۲ میلی لیتر در ۰/۲۵۳؛ ۰/۰۲۵۳) گرم - کربن دی سولفید را در بالن ژوژه ۱۰ میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید. - اکسیژن، خالص - نیتروژن یا هلیوم، خالص - هیدروژن، خالص - هوا، تصفیه شده و فشرده
وسایل و تجهیزات لازم:	- نمونه بردار: ۱۳۸۱

c- لوله رطوبت گیر: لوله شیشه‌ای، 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 می‌تواند رطوبت ۶ لیتر هوای اشباع (RH=100%) را در ۲۲ °C بگیرد.

d- جاذب: لوله شیشه‌ای، با طول ۷ cm و قطر خارجی ۶ mm؛ که دارای درپوش پلاستیکی می‌باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: ۱۰۰ mg، قسمت عقبی: ۵۰ mg) که توسط یک لایه ۲ میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه ۳ میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۳/۴ kPa باید از ۰/۱ L/min بیشتر شود. لوله‌ها در بازار موجود می‌باشند

۱۳۸۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی ۰/۰۱ L/min - ۰/۰۲ L/min، به همراه لوله‌های رابط قابل انعطاف

۱۳۸۳- لوله‌های PTFE با قطر داخلی ۵ mm

۱۳۸۴- کیسه‌ها یخ، صفر درجه سانتیگراد

۱۳۸۵- دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله‌ای-فوتومتریک، فیلتر مخصوص گوگرد، ثبت کننده نمودار، وستون

۱۳۸۶- ویال‌های شیشه‌ای، ۲ میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE

۱۳۸۷- سرنگ‌های 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- پمپ‌های 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 لوله‌های

رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. توسط یک لوله

۲۰ PTFE میلی متری، لوله رطوبت گیر را به بخش جلویی لوله جاذب وصل کنید.

- نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین  $0.2 - 0.1 \text{ L/min}$  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.

- 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). در پوش انتهای 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 در پوش آن را بیندازید.

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

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

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها و استاندارها، آن ها را به دور از هر گونه منبع

کربن دی سولفید نگه دارید.

### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۴۹۵- روزانه با حداقل  $6$  استاندارد کاربردی که گستره  $0.05 - 0.05 \text{ میلی گرم}$

کربن دی سولفید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.

- مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه  $10 \text{ میلی لیتری}$  برای

تهییه غلظت هایی در گستره  $0.02 - 0.05 \text{ mg/mL}$  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 رارسم کنید ( $^{1/2}$  [مساحت پیک] در برابر میلی گرم کربن دی سولفید).

نکته: آشکارساز شعله ای - فوتومتریک گستره خطی کمی دارد. ممکن است استاندارهای کاربردی بیشتری مورد نیاز باشد.

- ۴۹۶- راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعل 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  $\mu$ L

- دمای تزریق: ۱۵۰ °C

- دمای آشکارساز: ۱۴۵ °C

- دمای ستون: ۲۰ °C

- زمان ماند برای کربن دی سولفید: ۳۰ دقیقه (با برنامه ریزی دمایی می‌توان این زمان را کاهش داد)

- گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (۲۰ mL/min)

- ستون: شیشه‌ای (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.

- مساحت پیک را محاسبه کنید.

**مداخله گرها:** بخار آب یک مداخله گر بالقوه است که توسط لوله رطوبت گیر حذف می‌شود.

#### 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 نشست کرده و نمونه از دست می‌رود.

-۳۴۱- محاسبه غلظت (C) کربن دی سولفید در حجم هوا 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	فرمول شیمیایی: HCOOH
LQ4900000 :RTECS	وزن مولکولی: ۴۶/۰۳
	اسامی متادف: هیدروژن کربوکسیلیک اسید؛ اسید فرمیک 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 $(47 \text{ kPa})$ در $33 \text{ mmHg}$ در $20^\circ\text{C}$
NIOSH: 5 ppm	حد مجاز: ACGIH: 5 ppm OSHA: 5 ppm
	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: ۱۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS ۱۲- آب مقطر دیونیزه ۱۳- هیدروکسید سدیم، ۵۰٪ (وزنی/حجمی) ۱۴- محلول استخراج، $0.2 \text{ M}$ $\text{NH}_4\text{OH}$ ۱۵- حلal: $10 \text{ H}_2\text{O}$ $2/5 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ . $10 \text{ H}_2\text{O}$ $3/82 \text{ گرم Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 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. ۱۶- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۲۵ میلی نرمال ۱۷- محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون فرمات): $0.1511 \text{ g Na}^+ / 100 \text{ ml}$ 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. ۱۸- متانوئیک اسید، $88\% / 95\%$ یا ۱۹- دی اکسان (در صورت لزوم)

۲۰ H<sub>2</sub>O - ۱۰ Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>. 10 H<sub>2</sub>O ۱۴۵ گرم 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 مشمی 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 محتوى لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی ۱L/min ۳/۴ kPa بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (ORBO-53, Supelco مشابه). پیش فیلتر پلی تترافلورو اتیلن (PTFE) ۲۵ میلی متری ، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار

۱۲- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 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، ۱۵ میلی متری و پورسايز 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  $0.05\text{--}0.2 \text{ L/min}$  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 بیندید.
- 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 گستره‌ی ۲ تا ۱۰۰ میکرو گرم 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 میکرو گرم متناظریک 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 متانوئیک 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:  $10 \text{ H}_2\text{O}, 2/5 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7, 2 \text{ mL/min}$  میلی مولار

- جداسازی: ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه

- حجم تزریق:  $50 \mu\text{L}$

ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator

۵- ۵ میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی  $2-3 \text{ mL}$  نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.

نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط  $10 \text{ H}_2\text{O}, 1/1 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7, 0.1 \text{ مولار}$  بشوئید.

۶- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلal رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

مداخله گرهای:

**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  $W_b > W_f$  ، 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
64-18-6 :CAS	فرمول شیمیایی: HCOOH
LQ4900000 :RTECS	وزن مولکولی: ۴۶/۰۳
	اسامی مترادف: اسید فرمیک؛ متانوئیک اسید
	ویژگی ها: مایع، بیرنگ، دارای بوی تند ادویه؛ دانسیته $1/22 \text{ g/mL}$ در $20^\circ\text{C}$ ؛ نقطه جوش $20^\circ\text{C}$ ؛ فشار بخار $(47 \text{ kPa})$ در $107^\circ\text{C}$
NIOSH: 5 ppm	حدمجاز:
	ACGIH: 5 ppm
	OSHA: 5 ppm
	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:
	۲۱- استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
	۲۲- آب مقطر دیونیزه
	۲۳- هیدروکسید سدیم، ۵٪ ( وزنی / حجمی )
	۲۴- محلول استخراج، $\text{NH}_4\text{OH}$ ، ۰/۲ مولا
۲۵- حلal: $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot 10 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 3/82 \text{ گرم Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ میلی مولار؛	در
	۴ لیتر آب مقطر دیونیزه با خلوص بالا حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای محلول را فیلتر کنید.
	۲۶- محلول مهار کننده: اسید سولفوریک ۲۵ میلی نرمال
۲۷- محلول استوک کالیبراسیون، ۱ میلی گرم بر میلی لیتر ( به صورت آنیون فرمات): $0/1511 \text{ گرم سدیم فرمات}$ ( 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.	
	۲۸- هیدروژن کربوکسیلیک اسید ، ۸۸٪ یا ۹۵٪
	۲۹- دی اکسان ( در صورت لزوم )

۱۰ H<sub>2</sub>O -۳۰ Na<sub>2</sub>B<sub>4</sub>O<sub>7</sub>. 10 H<sub>2</sub>O ۱۴۵ گرم را در ۴ لیتر آب م قطر 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 میلی 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 محتوى 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 (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 L/min - ۰/۰۵ ، 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 پیپ 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 کالیراسیون 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  $0.05\text{--}0.2 \text{ L/min}$  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 بیندازید.

۱۰- ۱۰ میلی لیتر آب مقطر دیونیزه به هر کدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل بیندید.

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 مجهر به فیلتر غشایی انتقال دهید.

#### کالیبراسیون و کنترل کیفی:

۷- روزانه با حداقل ۶ استاندارد کاربردی که گستره‌ی ۲ تا ۱۰۰ میکرو گرم از آئیون 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 میکرو گرم هیدروژن

کربوکسیلیک اسید در  $10 \text{ mL}$  نمونه).

نکته: ضریب تبدیل مقابل را بکار گیرید:  $1 \mu\text{g formate} = 1.022 \mu\text{g formic acid}$

- میزان بازیافت را حداقل بک 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.

- 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:

- یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:

- آنالیت (ماده مورد تجزیه): یون فرمات

- حلal:  $2/5 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10 \text{ H}_2\text{O}$  میلی مولار ( $2 \text{ mL/min}$ )

- جداسازی:  $10 \text{ میلی لیتر آب}$  مقطر دیونیزه

- حجم تزریق:  $50 \text{ }\mu\text{L}$

- ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator

- سرنگ مجهر به فیلتر غشایی تزریق کنید. جهت تزریق دستی  $2 - 3 \text{ mL}$  نمونه را توسط سرنگ مجهر به فیلتر غشایی تزریق کنید.

نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط  $10 \text{ H}_2\text{O} \cdot 1/1 \text{ Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$  مولار بشوئید.

- ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلal رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید.

**مداخله گروها:****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 نشست 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-contorolling 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*



2050202- 0908- 1

Autumn 2012