|  |  |
| --- | --- |
| **4-کلرو نیتروبنزن** | **4-Chloronitrobenzene** |
| **فرمول شیمیایی**: C6H4ClNO2**وزن مولکولی**: 56/157 | **CAS** : 100-00-5**RTECS** : CZ1050000 |
| **اسامی مترادف**: 1-کلرو-4-نیتروبنزن؛ 4- نیتروکلروبنزن؛ PCNB؛ PNCB |
| **ویژگی ها**: جامد کریستالی زرد رنگ؛ نقطه جوش ˚c 242؛ نقطه ذوب ˚c 83 ؛ فشار بخار mmHg 2/0 (Pa 28) در ˚c 30 ؛دانسیته g/mL 298/1 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:0.16 ppm **NIOSH**: Cancer suspect agent **ACGIH**: 0.1 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**: 4-کلرو نیتروبنزن بسیار سمی و محرک است. با استفاده از عینک محافظ، دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی و روپوش آزمایشگاه از تماس 4-کلرو نیتروبنزن با چشم و پوست جلوگیری کرده، همچنین از مواجهه تنفسی اجتناب کنید. 4-کلرو نیتروبنزن سرطان زا است. متانول به شدت قابل انفجار است.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متانول؛ خلوص کروماتوگرافی HPLC
2. 4-کلرو نیتروبنزن؛ خلوص آزمایشگاهی
3. محلول استوک کالیبراسیون 4-کلرو نیتروبنزن، µg/mL 500 ؛ در متانول آماده شود
4. هیدروژن، خالص و تصفیه شده
5. هلیوم، خالص و تصفیه شده
6. هوا، خالص و تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 20/40 مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: mg 150، قسمت عقبی: mg 75) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1– 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال های شیشه ای نمونه گیر خودکار، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10و 100میکرولیتری و 1 میلی لیتری
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 3 و 5 میلی لیتری
8. حمام اولتراسونیک
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
3. نمونه برداری را در دبی L/min 1 یا کمتر از آن برای عبور حجم هوای 1 تا 150 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی (به همراه لایه پشم شیشه) و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 متانول را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 595- 8 میکرو گرم 4-کلرو نیتروبنزن را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم می توانید به منظور گسترده تر کردن منحنی کالیبراسیون استانداردهای دیگری را نیز آماده و اضافه کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با متانول به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکرو گرم 4-کلرو نیتروبنزن).
1. 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 4-کلرو نیتروبنزن را مستقیما 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 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم 4-کلرو نیتروبنزن بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس 1 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): 4-کلرو نیتروبنزن
* جداساز: mL 1 متانول
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 80 به مدت 1 دقیقه، تا C ْ 180 (C/min ْ 8)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 3-5/2)
* ستون: موئین Rtx®-5 Amine یا انواع مشابه

نکته1: 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.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: هر ماده ای که زمان ماند مشابه 4-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**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) 4-کلرو نیتروبنزن موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر Wb>Wf/10 ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.1. محاسبه غلظت (C) 4-کلرو نیتروبنزن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V} , mg/m^{3}$$NOTE: μg/mL= mg/m3 |