|  |  |
| --- | --- |
| **سیکلوهگزان** | **cyclohexane** |
| **فرمول شیمیایی**: C6H12**وزن مولکولی**: 16/84 | **CAS** : 110-82-7**RTECS** : GU6300000 |
| **اسامی مترادف**: هگزاهیدروبنزن |
| **ویژگی ها**: نقطه جوش ˚c 7/80 ؛فشار بخار mmHg 2/95 (kPa 13) در ˚c 25 ؛دانسیته g/mL 779/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:300 ppm **NIOSH**: 300 ppm **ACGIH**:300 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل اشتعال است (c ْ 30- = نقطه اشتعال). محلول های استاندارد و نمونه ها را در زیر هود با تهویه مناسب آماده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. حلال: کربن دی سولفید، با درصد بنزن پایین؛ خلوص کروماتوگرافی
2. آنالیت (سیکلوهگزان)، معرف
3. هلیوم تصفیه شده و فیلتر شده
4. هیدروژن تصفیه شده و فیلتر شده
5. هوای تصفیه شده و فیلتر 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 انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) 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. لوله ها در بازار موجود می باشند.
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 Rtx-1 یا سایر ستون های موئین مشابه
4. ویال های شیشه ای نمونه گیری خودکار، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. پیپت 1 میلی لیتری
6. سرنگ های 10، 25، 100و 250 میکرولیتری
7. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 5/2 تا 5 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه به همراه بخش جلویی لوله در ویال قرار می گیرد.
2. mL 1/0 از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را فورا ببندید.
3. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی کمتر از حدآشکارسازی (LOD=0.1) تا 10برابر حدکمی سازی (LOQ) را پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم برای گسترش منحنی کالیبراسیون استانداردهای بیشتری را آماده کنید.
* مقدار مشخصی از آنالیت (سیکلوهگزان) را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 10 میلی لیتر برسانید. محلول های استانداردهای بیشتر را از طریق رقیق سازی مرحله ای در بالن ژوژه 10 میلی لیتری آماده کنید.
* محلول های فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک سیکلوهگزان در برابر میکروگرم سیکلوهگزان در هر نمونه).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال 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.
* محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار شاهد را جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (2 تا 25 میکرولیتر) از محلول استوک را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* لوله ها را به مدت چند دقیقه رها کرده تا با هوای محیط به تعادل در آید سپس درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را جداسازی کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردها و شاهدها مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم سیکلوهگزان بازیافت شده ترسیم کنید.
1. 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**: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): سیکلوهگزان
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 300
* دمای ستون: C ْ 35 (8 دقیقه) تا C ْ 230 ( min 1)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 1)
* ستون: موئین،سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی mm 32/0

نکته1: 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 2: زمان ماند تقریبی برای سیکلوهگزان 1/16 دقیقه است.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**:زمانی که رطوبت محیط بالا باشد ممکن است در مقادیر پایین تری از نمونه ی جذب شده، شاهد نشت نمونه باشیم. سایر ترکیبات آلی فرّار از قبیل الکل ها، کتون ها، اترها و هیدروکربن های هالوژنه میتوانند در آنالیز نمونه ها تداخل ایجاد کنند. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب) سیکلوهگزان 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) سیکلوهگزان در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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