|  |  |
| --- | --- |
| **2،4-زایلیدین** | **2,4-xylidine** |
| **فرمول شیمیایی**: C8H11N**وزن مولکولی**: 18/121 | **CAS** : 1300-73-8**RTECS** : ZE8575000 |
| **اسامی مترادف**: 2،4-دی متیل آنیلین؛ دی متیل آمینو بنزن |
| **ویژگی ها**: نقطه جوش ˚c 214 ؛ نقطه ذوب ˚c 14- ؛ فشار بخار mmHg 1> (kPa 1/0>) در ˚c 20 ؛دانسیته g/mL 9723/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:5 ppm (skin) **NIOSH**: 2 ppm (skin) **ACGIH**: 0.5 ppm (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: n-هگزان و اتانول قابل اشتعال هستند. 2،4-زایلیدین بسیار سمی بوده و مظنون به سرطانزایی است. جذب پوستی آن یک خطر بالقوه است. همیشه در زیر هود با آن کار کنید و لباس حفاظتی مناسب و از دستکش استفاده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اتانول 95% ؛ خلوص کروماتوگرافی
2. n-هگزان
3. بنزن
4. 2،4-زایلیدین؛ خلوص آزمایشگاهی
5. محلول استوک کالیبراسیون 2،4-زایلیدین، mg/mL 8/97 ؛ 1 میلی لیتر 2،4-زایلیدین را با n-هگزان به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
6. نیتروژن، خالص
7. هیدروژن، خالص
8. هلیوم، خالص
9. هوا، تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 20/40 مشی سیلیکاژل (قسمت جلویی: mg 150، قسمت عقبی: mg 75) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده و توسط یک لایه پشم شیشه ثابت نگه داشته شده است. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1 نباید از kPa 4/3 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 – 02/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون
4. ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10، 25، 50 و 100میکرولیتری
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 1 و 2 میلی لیتری
8. حمام اولتراسونیک
9. سوهان
10. انبرک
 |
| **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 – 02/0 برای عبور حجم هوای 3 تا 30 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت 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 را بهمراه محتوی بخش جلویی در ویال قرار داده و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از اتانول 95% را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. ویال ها را به مدت 1 ساعت در حمام اولتراسونیک تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 01/0 تا 3 میلی گرم 2،4-زایلیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد 2،4-زایلیدین یا محلول رقیق شده آن در n-هگزان را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با اتانول 95% به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت یا ارتفاع پیک در برابر میلی گرم 2،4-زایلیدین).
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.
* 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 2،4-زایلیدین یا محلول رقیق شده آن در هگزان را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میلی گرم 2،4-زایلیدین بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس بخشی از نمونه را یا به صورت دستی با استفاده از روش شستشو با حلال و یا با استفاده از نمونه بردار خودکار به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): 2،4-زایلیدین
* جداساز: mL 1 اتانول 95%
* دمای تزریق: C ْ 230
* دمای آشکارساز:C ْ 235
* دمای ستون: C ْ 170
* گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (mL/min 25)
* ستون: فولاد ضدزنگ

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اتانول 95% رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: سیلیکاژل ظرفیت جمع آوری ترکیبات آلی را در رطوبت های بالا کاهش می دهد. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) 2،4-زایلیدین 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) 2،4-زایلیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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