|  |  |
| --- | --- |
| **پیریدین** | **pyridine** |
| **فرمول شیمیایی**: C5H5N**وزن مولکولی**: 1/79 | **CAS** : 110-86-1**RTECS** : UR8400000 |
| **اسامی مترادف**: آزین؛ آزابنزن |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 115 ؛ نقطه ذوب ˚c 42- ؛ فشار بخار mmHg 18 (kPa 4/2) در ˚c 20 ؛ دانسیته g/mL 982/0 در ˚c 20؛ گستره انفجار 8/1 تا 4/12 درصد حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**:5 ppm **NIOSH**: 5 ppm; Group III Pesticide **ACGIH**: 5 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**: پیریدین در صورت جذب تنفسی یا تماس با پوست وچشم 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.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. متیلن کلراید (CH2Cl2) ؛ خلوص کروماتوگرافی
2. پیریدین؛ خلوص آزمایشگاهی
3. هگزان؛ خلوص کروماتوگرافی
4. محلول استوک راندمان واجذب، mg/mL 300 ؛ 3 گرم (معادل 1/3 میلی لیتر) پیریدین را وزن کرده و در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با هگزان به حجم برسانید.
5. نیتروژن، خالص
6. هیدروژن، خالص
7. 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 ذغال 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. 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 – 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، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 1 میلی لیتری
8. ترازو آزمایشگاهی
 |
| **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 1 – 01/0 برای عبور حجم هوای 18 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 و عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از متیلن کلراید را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: در این مرحله می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند تولوئن را نیز اضافه کنید.1. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 3/0 تا 5/4 میلی گرم پیریدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از پیریدین را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با متیلن کلراید به حجم برسانید.

نکته: در صورت لزوم می توانید با رقیق سازی مرحله ای استانداردهای دیگری را برای دستیابی به گستره mg/mL 5/4 – 02/0 آماده کنید.* 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 میلی گرم پیریدین).
1. 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 (2 تا 20 میکرولیتر) از محلول استوک راندمان واجذب 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 پیریدین 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): پیریدین
* جداساز: mL 1 متیلن کلراید
* حجم تزریق: µL 5
* دمای تزریق: C ْ 260
* دمای آشکارساز:C ْ 285
* دمای ستون: C ْ 140
* گاز حامل: نیتروژن (mL/min 30)
* ستون: فولاد ضدزنگ

نکته1: 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.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) پیریدین 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) پیریدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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