|  |  |
| --- | --- |
| **استو نیتریل** | **Acetonitrile** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3CN**وزن مولکولی**: 06/41 | **CAS** : 75-05-8**RTECS** : AL7700000 |
| **اسامی مترادف**: متیل سیاناید؛ سیانو متان؛ ACN  |
| **ویژگی ها**: مایع؛ دانسیته g/mL 783/0 در C˚20؛ حد انفجار 4/4- 16 درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار Kpa 12 (mmHg 89) در C˚20؛ نقطه جوش ˚c 82 |
| **حدمجاز**: **NIOSH**: 40 ppm **ACGIH**: 20 ppm **OSHA**: 2 ppm ; 60 ppm STEL (1 ppm = 1.68 mg/m3 @ NTP)  |
| **احتیاطات ویژه**: استونیتریل سمی و قابل اشتعال است. متیلن کلراید سرطانزای قطعی 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**: 1. استونیتریل، خلوص آزمایشگاهی (9/99 %)
2. متیلن کلراید، خلوص HPLC
3. متانول، خلوص HPLC
4. هلیوم ؛ خالص
5. هیدروژن ؛ خالص
6. هوا؛ خالص و تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 10 و قطر داخلی mm 6؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش 20/40 مشی زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید (قسمت جلویی: mg 400، قسمت عقبی: mg 200) که توسط یک لایه 3 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 (SKC # 226-09 ، Supelco ORBO-32 یا انواع مشابه).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-یونی، ثبت کننده نمودار، وستون موئین Stabilwax
4. شیشه های نمونه (ویال) 4 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
5. سرنگ 10 میکرولیتر تا 1 میلی لیتر
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت ، در اندازه های مختلف
8. بسته های یخ
 |
| **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 1- 25 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی نمونه بردار گذاشته و با دقت 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**:1. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را به ویال های 4 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.
* mL 2/0 محلول متانول/متیلن کلراید با نسبت 15: 85 را به هر دو ویال اضافه کرده و سرپوش ویال را بگذارید.
* ویال ها را به مدت 45 دقیقه در حمام اولتراسونیک قرار دهید.
* mL 1 از محتوی هر کدام از ویال ها را در ویال های Autosampler ریخته و تجزیه کنید (طبق مراحل 1و2 نمونه برداری)
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی تراکم مورد نظر بسازید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر (1 μL ACN = 78.3 μg) را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت 15: 85) به حجم برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (طبق مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم استونیتریل)
1. 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 مستقیما 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.
* نمونه ها و شاهدها را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل 1-3 آماده سازی) و تجزیه کنید (طبق مراحل 1و2 نمونه برداری).
* نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم استونیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس mL 1 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): استونیتریل
* جداساز: mL 2 محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت 15: 85)
* دمای تزریق: C ْ250
* دمای آشکارساز:C ْ300
* دمای ستون: C ْ45 برای 4 دقیقه؛ C/min ْ12 تا C ْ150
* گاز حامل: هلیوم؛ mL/min 4/2
* ستون: ستون موئین از جنس سیلیکا؛ crossbonded PEG ، Stabilwax یا انواع مشابه

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با محلول متانول/متیلن کلراید (با نسبت 15: 85) رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**:نمونه های حاوی بیش از 15% متانول یا دیگر الکل ها می توانند مداخله گر باشند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) استونیتریل 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) استونیتریل 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/L = mg/m3 |