|  |  |
| --- | --- |
| **استیک اسید وینیل استر** | **acetic acid vinyl ester** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3CO2CHCH2**وزن مولکولی**: 09/86 | **CAS** : 108-05-4**RTECS** : AK0875000 |
| **اسامی مترادف**: وینیل استات؛ استیک اسید اتنیل استر؛ وینیل A مونومر؛ اتیلن اتانوآت؛ 1-استوکسی اتیلن؛ اتنیل استات؛ وینیل اتانوآت |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 7/72؛ فشار بخار 3 (air = 1) ؛ دانسیته g/mL 934/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**: - **NIOSH:** 4 ppm C (15min) **ACGIH**: 10 ppm, 15 ppm STEL  |
| **احتیاطات ویژه**: استیک اسید وینیل استر می تواند موجب تحریک چشم، بینی و حلق شود. متیلن کلراید محرک بوده، می تواند از طریق پوست جذب شود و مظنون به سرطانزایی است. از پوشش های حفاظتی مناسب استفاده کرده و نمونه ها را در زیر هود آماده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. استیک اسید وینیل استر؛ با خلوص کاربردی، توسط ppm 325 – 275 دی فنیل آمین مهار شده است.
2. متانول، تقطیر شده
3. متیلن کلراید، تقطیر شده
4. حلال: متیلن کلراید / متانول (95: 5 حجمی)
5. نیتروژن، خالص
6. هیدروژن، خالص
7. هوای تصفیه شده و فشرده
8. محلول استوک کالیبراسیون، mg/mL 7/74؛ 160 میکرولیتر استیک اسید وینیل استر به بالن ژوژه 2 میلی لیتری انتقال داده و با متانول به حجم برسانید.
 |
| **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 کربن مولکولارسیو Carboxen-564 (قسمت جلویی: mg 160، قسمت عقبی: mg 80) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله قرار گرفته و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز پس از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1 نباید از mmHg 25 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند (Supelco ORBO-92 یا انواع مشابه).
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 1/0 ، 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 و سایر اندازه های مناسب دیگر در صورت لزوم
6. بالن ژوژه 2 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 – 1/0 برای عبور حجم هوای 75/0 تا 24 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و آن را برای انتقال آماده کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی لوله ( به همراه لایه پشم شیشه) و بخش عقبی لوله را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 متیلن کلراید/متانول (95: 5 حجمی) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. 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 در گستره ی µg 8700 – 3 استیک اسید وینیل استر کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از استیک اسید وینیل استر را در بالن ژوژه ی 2 میلی لیتری به حلال اضافه 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 µg/mL استیک اسید وینیل استر).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله جاذب مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی را به همراه سه شاهد آماده کنید.
* محتوی بخش عقبی لوله را از نمونه بردار شاهد جدا کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (2 تا 20 میکرولیتر) از محلول استاندارد استیک اسید وینیل استر 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 میکروگرم استیک اسید وینیل استر 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): استیک اسید وینیل استر
* جداساز: mL 1 متیلن کلراید/متانول (95: 5 حجمی)
* دمای تزریق: C ْ 210
* دمای آشکارساز:C ْ 260
* دمای ستون: C ْ 35 به مدت 5 دقیقه، سپس تا C ْ 50 (C/min ْ 5)
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با حلال رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: اگر استیک اسید وینیل استر تثبیت نشده باشد ممکن است پلیمرایزه شود. هر ماده ای که بتواند با استیک اسید وینیل استر واکنش بدهد مداخله گر است. اسیدها، بازها و تولید کننده های رادیکال های آزاد می توانند در حین نمونه برداری و بعد از آن با استیک اسید وینیل استر واکنش بدهند. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) استیک اسید وینیل استر 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) استیک اسید وینیل استر در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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