|  |  |
| --- | --- |
| **نفت سفید** | **kerosine** |
| **فرمول شیمیایی**: C9-C16**اسامی مترادف**: نفت چراغ | **CAS** : 8008-20-6**RTECS** : OA5500000 |
| **ویژگی ها**: هیدروکربن آروماتیک؛ گستره جوش ˚c 325- 175 ؛ دانسیته g/mL 8/0 در ˚c 15 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:- **NIOSH**:- **ACGIH**: 100 mg/m3  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و به شدت قابل انفجار و اشتعال است (FP = - 30 ˚c)؛ فقط در زیر هود با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. حلال: کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی؛ حاوی 1/0 % حجمی اکتان، 5/0 % حجمی هگزادکان یا سایر استانداردهای داخلی مناسب

نکته: از استاندارد داخلی استفاده کنید که جزء تشکیل دهنده نمونه نباشد.1. نمونه بالک نفت سفید
2. نیتروژن یا هلیوم ، خالص
3. هیدروژن، خالص
4. هوا، تصفیه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ حاوی دو بخش ذغال فعال (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. 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 2/0 – 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 (1 میکرولیتری برای ستون موئین) یا سایر اندازه های مناسب؛ با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. پیپت 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 حجم نمونه ای که حاوی 5/0 تا 8 میلی گرم نفت سفید باشد انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید. 5 تا 10 میلی لیتر نمونه بالک نفت سفید را در محفظه دیگری (جدا از محل نگهداری نمونه ها) به آزمایشگاه انتقال دهید.
 |
| **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 حلال 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 که گستره ی 1/0 تا 10 میلی گرم نفت سفید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از نمونه بالک نفت سفید در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با حلال به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (نسبت مساحت پیک نمونه به مساحت پیک استاندارد داخلی در برابر میلی گرم نفت سفید).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید (مرحله 1 کالیبراسیون). 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 از نمونه بالک نفت سفید 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 نفت سفید 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): نفت سفید
* جداساز: mL 1 کربن دی سولفید
* حجم تزریق: µL 5 (برای ستون موئین µL 1- 1/0)
* دمای تزریق: C ْ 250 – 200
* دمای آشکارساز:C ْ 300 - 250
* دمای ستون: C ْ 250 – 5 (C/min ْ 8)
* گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (mL/min 30)
* ستون: شیشه ای 10% SP-2100 on Supelcoport یا ستون موئین سیلیکای ذوب شده (DB-1 یا انواع مشابه)

نکته1: 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 یا ارتفاع پیک را محاسبه کنید. مساحت پیک نفت سفید را بر مساحت پیک استاندارد داخلی (در همان کروماتوگرام) تقسیم کنید.
 |
| **مداخله گرها**: اکثر مواد نفتی ترکیبات کاملی هستند. ترکیباتی که در رنج دمایی بالای گازکروماتوگرافی شسته می شوند می توانند ایجاد تداخل کنند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) نفت سفید 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) نفت سفید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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