|  |  |
| --- | --- |
| **n-نیتروزوپیرولیدین** | **N-nitrosopyrrolidine** |
| **فرمول شیمیایی**: C4H8N-N=0**وزن مولکولی**: 1/100 | **CAS** : 930-55-2**RTECS** : UY1575000 |
| **اسامی مترادف**: 4- نیتروزوپینولیدین؛ N-NPyr؛ NPYR؛ PYRNA |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 214 ؛ دانسیته g/mL 09/1 در ˚c 20؛ فشار بخار mmHg 072/0 (Pa 10) در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **-** |
| **احتیاطات ویژه**: n-نیتروزوپیرولیدین مظنون به سرطانزایی بوده و بسیار سمی است. همیشه در زیر هود با تهویه مناسب یا محفظه دستکش دار با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. دی کلرومتان ؛ خلوص آزمایشگاهی
2. متانول؛ خلوص آزمایشگاهی
3. محلول استاندارد n-نیتروزوپیرولیدین
4. حلال واجذب؛ نسبت حجمی 3/1 دی کلرومتان/متانول
5. نیتروژن، خالص
6. اکسیژن، خالص، 99/99 %
7. ازن، خالص، 99/99 %
8. هوا، تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله هایی که در بازار موجود می باشند، شامل

 Thermedics Detection, Inc., 220 Mill Rd., Chelmsford, MA 01824, 508/251-20001. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2 –2/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
2. دستگاه گازکروماتوگراف، با آنالیزور انرژی گرمایی (TEA)، ثبت کننده نمودار، وستون
3. ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
4. سرنگ های 1، 5، 10، 25 و 100میکرولیتری با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
5. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
6. پیپت در اندازه های مناسب برای آماده سازی استانداردها
7. دستکش مناسب برای کار با مواد شیمیایی
8. سرنگ های شیشه ای 5 میلی لیتری
9. سوزن تزریق؛ کند، صنعتی
 |
| **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. لوله Thermosorb/N را از کیف آن برداشته و کیف را نگه دارید.
3. در پوش قرمز رنگ ابتدا و انتهای لوله را برداشته و آن را در مکان مشخص شده در زیر علامت "AIR IN" نگه دارید.
4. بوسیله برچسب "Air Sampling" تعبیه شده در کیف لوله، لوله ها را برچسب گذاری کنید.
5. لوله Thermosorb/N را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
6. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2 – 2/0 برای عبور حجم هوای 15 تا 1000 لیتر انجام دهید.
7. بعد از نمونه برداری، نمونه بردار را از پمپ جدا کنید.
8. درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بر دو طرف لوله بگذارید.
9. لوله ها Thermosorb/N را در داخل کیف مخصوص آن قرار دهید و آن را برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. نمونه بردار را از کیف آن خارج کنید.
2. ویال ها را برچسب گذاری کنید.
3. درپوش قرمز رنگ نمونه بردار را بردارید.
4. توسط سرنگ، لوله Thermosorb/N را با 2 میلی لیتر از حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی 3/1) شستشو داده و مایع خروجی را به ویال برچسب گذاری شده انتقال دهید.

نکته: دبی بهینه برای واجذب mL/min 5/0 است. |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 05/0 تا 5/0 میکرو گرم n-نیتروزوپیرولیدین را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید (µg/mL 25/0 – 025/0).
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزوپیرولیدین را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با حلال (دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی 3/1) 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 (مساحت پیک در برابر میکرو گرم n-نیتروزوپیرولیدین).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از Thermosorb/N مورد استفاده تعیین کنید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد n-نیتروزوپیرولیدین را مستقیما به لوله Thermosorb/N تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-4 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1-4 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم n-نیتروزوپیرولیدین 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 و آنالیزور انرژی گرمایی را تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): n-نیتروزوپیرولیدین
* جداساز: mL 2 دی کلرومتان/متانول با نسبت حجمی 3/1
* دمای تزریق: C ْ 200
* دمای آشکارساز:C ْ 600 - 550
* دمای ستون: C ْ 166
* زمان ماند: 2/11 دقیقه
* گاز حامل: نیتروژن (mL/min 25)، اکسیژن (mL/min 5)، ازن (mL/min 2/0)
* ستون: فولاد ضدزنگ
1. 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.
2. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) n-نیتروزوپیرولیدین موجود در لوله نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) n-نیتروزوپیرولیدین در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{W-B}{V} , mg/m^{3}$$ |