|  |  |
| --- | --- |
| **آکریلونیتریل** | **acrylonitrile** |
| **فرمول شیمیایی**: CH2=CHCN**وزن مولکولی**: 06/53 | **CAS** : 107-13-1**RTECS** : AT5250000 |
| **اسامی مترادف**: 2-پروپن نیتریل؛ وینیل سیاناید؛ AN |
| **ویژگی ها**: مایع؛ دانسیته g/mL 806/0 در C˚20؛ حد انفجار 3-17 درصد حجمی در هوا؛ فشار بخار Kpa 11 (mmHg 83) در C˚20؛ نقطه جوش ˚c 2/77 |
| **حدمجاز**: **NIOSH**: 2 ppm; C 10 ppm (skin)  **ACGIH**: carcinogen; 1 ppm; C 10 ppm/15 min; Group I Pesticide (skin)  **OSHA**: carcinogen; 2 ppm (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: کربن دی سولفید سمی بوده و خطر جدی انفجار و حریق دارد (c ْ 30- = نقطه اشتعال)، آکریلونیتریل قابل انفجار، قابل اشتعال و سمی بوده و مشکوک به سرطان زایی است. با این ترکیبات صرفا در زیر هود کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. کربن دی سولفید، خلوص کروماتوگرافی
2. استون، خلوص کروماتوگرافی
3. هگزان، خلوص کروماتوگرافی
4. حلال : 2% استن در دی سولفید کربن (V/V)
5. آکریلونیتریل، پایدار شده؛ در دمای c ْ 4 حداقل به مدت 1 ماه پایدار است.
6. آکریلونیتریل؛ به تازگی تقطیرشده
7. محلول کالیبراسیون مادر، g/mL 42 ؛ 50 میکرولیتر از آکریلونیتریل تازه تقطیر شده را به mL 10 هگزان اضافه کنید. این محلول به مدت 1 هفته در دمای c ْ 4 پایدار است.
8. هلیوم ؛ خالص
9. هیدروژن ؛ خالص
10. 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؛ که انتهاهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش زغال فعال از جنس پوسته نارگیل تولید شده در c ْ600 (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 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. دستگاه میکرو-تقطیر برای تقطیر آکریلونیتریل در خلا
5. شیشه های نمونه (ویال) 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
6. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
7. سرنگ های کوچک 10 میکرولیتری و اندازه های دیگر درصورت لزوم، با درجه بندی 1/0 میکرولیتری.
8. پیپت 1 میلی لیتری، به همراه pipet bulb
 |
| **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 5/3- 20 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را 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 باید به همراه فوم اورتان دور انداخته شود.
2. mL 1/0 حلال به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: استاندارد داخلی، برای مثال (V/V) 1/0 % بنزن یا n- هگزان ممکن است در این مرحله اضافه شود.1. ویال ها را به مدت 30 دقیقه بگذاری بماند و گاهگاهی آن را تکان دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی 1 تا 1000 میکروگرم آکریلونیتریل به ازای هر نمونه بسازید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با حلال (2% استن کربن دی سولفید) به حجم 10 میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک در برابر میکروگرم آکریلونیتریل)

نکته: مساحت زیر پیک محلول های استاندارد را با استاندارد مرجع mg/mL 1/0 که از آکریلونیتریل پایدار شده در هگزان تهیه شده، مقایسه کنید. هنگامی که تراکم محلول های استاندارد شروع به کاهش کرد، محلول های استاندارد جدید را تهیه کنید.1. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود 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.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از محلول استاندارد مادر را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش ویال را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* لوله های مذکور را به همراه محلول های استاندارد واجذب (مراحل 1-3 آماده سازی) و تجزیه کنید.
* نموداری از راندمان واجذب در برابر میکروگرم آکریلونیتریل بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه نمونه شاهد و سه نمونه spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی 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): آکریلونیتریل
* جداساز: mL 1 حلال (2% استن در کربن دی سولفید)
* دمای تزریق: C ْ200
* دمای آشکارساز:C ْ200
* دمای ستون: C ْ85
* گاز حامل: هلیوم یا نیتروژن
* ستون: فولاد ضد زنگ

نکته: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.نکته: در این شرایط زمان ماند آکریلونیتریل برابر 5/8 دقیقه است.1. مساحت زیر پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**:مداخله گری شناسایی نشده است. ستون کروماتوگرافی دیگری که می توان استفاده کرد ستون موئین سیلیکای ذوب شده است.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg (تصحیح شده برای راندمان جذب) آکریلونیتریل موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) آکریلونیتریل در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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