|  |  |
| --- | --- |
| **متیل سولفیدرات** | **methyl sulfhydrate** |
| **فرمول شیمیایی**: CH3SH**وزن مولکولی**: 11/48 | **CAS** : 64-93-1**RTECS** : PB4375000 |
| **اسامی مترادف**: متان اتیول؛ مرکاپتومتان؛ متیل مرکاپتان |
| **ویژگی ها**: نقطه جوش ˚c 2/6 ؛ فشار بخار کمتر از atm 1 ؛دانسیته g/mL 866/0 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:10 ppm C **NIOSH**: 0.5 ppm/15 min C **ACGIH**: 0.5 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**: متیل سولفیدرات را دور از مواد قابل اشتعال و اکسید کننده نگه دارید. متیل سولفیدرات شدیدا قابل اشتعال بوده و تحریک کننده چشم است. در زیر هود با آن کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. گاز متیل سولفیدرات، 5/99%+
2. استات جیوه؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
3. هیدروکلریک اسید؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
4. 1،2-دی کلرواتان؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
5. محلول استوک کالیبراسیون متیل سولفیدرات، mg/mL 394/0 ؛ 5 میلی لیتر متیلن کلراید را به ویال منتقل کرده و درپوش پیچ دار آن را ببندید. 1 میلی لیتر گاز متیل سولفیدرات خالص (در شرایط ˚c 25 و atm 1) را توسط سرنگ مخصوص گاز به ویال اضافه کنید.
6. هیدروژن، خالص
7. هلیوم، خالص
8. هوا، تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر فایبرگلاس که توسط استات جیوه القاح شده است.

برای آماده کردن فیلتر ابتدا فیلتر 37 میلی متری فایبر گلاس (Gelman Metrigard یا انواع مشابه) را توسط رنگپایه آکریلیک در محلول آبی 5% (وزنی/حجمی) استات جیوه شناور کرده، سپس توسط هوا خشک کنید و در نهایت آن را در فیلتر کاست دو قسمتی بدون پد پشتیبان قرار دهید. فیلترها رنگی مایل به زرد دارند، اما تاثیری در راندمان جمع آوری آن ندارد. 1. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 1/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف از جنس پلی اتیلن یا PTFE
2. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای- فوتومتریک، ثبت کننده نمودار، وستون
3. ویال های شیشه ای، 2 و 5 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
4. سرنگ های 10، 50 و 100میکرولیتری
5. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
6. پیپت شیشه ای 5 و 20 میلی لیتری
7. قیف جداکننده، 30 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 سریعا درپوش فیلتر کاست را جدا برداشته و فیلتر کاست را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید. هوا قبل از عبور از فیلتر کاست نباید از هیچ لوله پلاستیکی عبور کند.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2/0 – 1/0 برای عبور حجم هوای 10 تا 150 لیتر انجام دهید.
4. بلافاصله بعد از نمونه برداری درپوش فیلتر کاست را گذاشته و آن را دور از نور نگه داری کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. 20 میلی لیتر اسید هیدروکلریک 25% (حجمی) و 5 میلی لیتر 1،2-دی کلرواتان را به قیف جدا کننده 30 میلی لیتری منتقل کنید. فیلتر را تا بزنید و آن را بدون اینکه خیس شود در دهانه قیف جداکننده قرار دهید.
2. قیف را به مدت 2 دقیقه بدون اینکه محتوی آن بیرون بریزد تکان دهید.
3. 5 دقیقه منتظر بمانید تا فازها کاملا جدا شوند. سپس 1،2-دی کلرواتان را به ویال تخلیه کنید و درپوش پیچ دار ویال را بگذارید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 1 تا 50 میکرو گرم متیل سولفیدرات را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون متیل سولفیدرات را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری با 1،2-دی کلرواتان 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؛می توان منحنی خطی (مساحت پیک در برابر غلظت متیل سولفیدرات) یا منحنی معادله درجه دوم (ln مساحت پیک در برابر ln (غلظت)2 ) را در کالیبراسیون به کار برد.
1. میزان بازیافت (R) را حداقل یک بار برای هر تعداد از فیلتر فایبر گلاس در گستره غلظت مورد نظر تعیین کنید. 4 فیلتر برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* دستگاه آماده سازی و نمونه برداری گاز spike در شکل 1 نمایش داده شده است. دستگاه از شیشه و تفلون ساخته شده است.
* به مدت 100 دقیقه در دبی L/min 2/0 نمونه برداری را انجام دهید.

نکته: نمونه ها را دور از نور نگه دارید.* نمونه ها را استخراج کرده (مراحل 3 -1 آماده سازی) و آنالیز کنید (مراحل 1 و 2 اندازه گیری).
* نموداری از بازیافت در برابر میکرو گرم متیل سولفیدرات ترسیم کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه گازکروماتوگراف را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کرده و سپس 1 میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): متیل سولفیدرات
* جداساز: 20 میلی لیتر اسید هیدروکلریک 25% (حجمی) بعلاوه 5 میلی لیتر 1،2-دی کلرواتان
* دمای تزریق: C ْ 250
* دمای آشکارساز:C ْ 250
* دمای ستون: C ْ 30 (2 دقیقه)، C ْ 200 (C/min ْ 15)
* گاز حامل: هلیوم (mL/min 1) و نیتروژن (جبرانی)
* زمان ماند متیل سولفیدرات: 4/2 دقیقه
* ستون: موئین، سیلیکای ذوب شده، با دهانه باریک؛ DB-1
1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: دی متیل دی سولفید، دی اتیل دی سولفید و دی بوتیل دی سولفید می توانند ایجاد تداخل کنند. |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg متیل سولفیدرات موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) متیل سولفیدرات در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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

