|  |  |
| --- | --- |
| **دی تیوکربنیک انیدرید** | **dithiocarbonic anhydride** |
| **فرمول شیمیایی**: CS2**وزن مولکولی**: 14/76 | **CAS** : 75-15-0**RTECS** : FF6650000 |
| **اسامی مترادف**: کربن دی سولفید |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه جوش ˚c 5/46 ؛ نقطه ذوب ˚c 112- ؛ فشار بخار mmHg 300 (kPa 40) در ˚c 20 ؛ دانسیته g/mL 263/1 در ˚c 20؛ گستره انفجار 1 تا 50 درصد حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **OSHA**: 20 ppm; 30 ppm C **NIOSH**: 1 ppm; 10 ppm STEL (skin)  **ACGIH**: 10 ppm (skin)  |
| **احتیاطات ویژه**: دی تیوکربنیک انیدرید سمی بوده و شدیدا قابل انفجار و حریق است (نقطه اشتعال 30- درجه سانتیگراد). فقط در زیر هود با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. تولوئن ؛ خلوص کروماتوگرافی
2. دی تیوکربنیک انیدرید؛ خلوص کروماتوگرافی
3. محلول استوک کالیبراسیون، mg/µL 0253/0 ؛ 253/0 گرم (معادل 2/0 میلی لیتر در ˚c 20) دی تیوکربنیک انیدرید را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با تولوئن به حجم برسانید.
4. اکسیژن، خالص
5. نیتروژن یا هلیوم، خالص
6. هیدروژن، خالص
7. هوا، تصفیه شده و فشرده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار:
2. لوله رطوبت گیر: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ حاوی 270 میلی گرم سدیم سولفات بی آب گرانوله که بین 2 لایه پشم شیشه قرار گرفته است. ظرفیت این لوله در این حد است که می تواند رطوبت 6 لیتر هوای اشباع (RH=100%) را در ˚c 22 بگیرد.
3. جاذب: لوله شیشه ای، با طول cm 7 و قطر خارجی mm 6 ؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. 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
4. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
5. لوله های PTFE با قطر داخلی mm 5
6. کیسه ها یخ، صفر درجه سانتیگراد
7. دستگاه گازکروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای-فوتومتریک، فیلتر مخصوص گوگرد، ثبت کننده نمودار، وستون
8. ویال های شیشه ای، 2 میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE
9. سرنگ های 10 میکرولیتری با درجه بندی 1/0 میکرولیتری
10. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
11. پیپت برگشتی، 1 تا 100 میکرولیتری و 1میلی 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. توسط یک لوله PTFE 20 میلی متری، لوله رطوبت گیر را به بخش جلویی لوله جاذب وصل کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 2 تا 25 لیتر انجام دهید.

نکته: اگر رطوبت به اندازه کافی پایین باشد می توانید نمونه برداری را در دبی L/min 1 نیز انجام دهید.1. در هنگام انتقال نمونه ها بگذارید لوله رطوبت گیر به لوله جاذب متصل بماند. برای جلوگیری از انتقال دی تیوکربنیک انیدرید به بخش عقبی لوله جاذب، نمونه ها را خنک نگه دارید (صفر درجه سانتیگراد). درپوش انتهای باز نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها، آن ها را به دور از هر گونه منبع دی تیوکربنیک انیدرید نگه دارید. |
| **آماده سازی**:1. لوله رطوبت گیر را جدا کرده و دور بیندازید. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله جاذب را در ویال های جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 از تولوئن را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.

نکته: در این مرحله می توانید یک استاندارد داخلی مناسب مانند تولوئن را نیز اضافه کنید.1. ویال ها را به مدت 30 دقیقه رها کرده و گهگاهی آن را تکان دهید.

نکته: برای جلوگیری از آلودگی نمونه ها و استاندارها، آن ها را به دور از هر گونه منبع دی تیوکربنیک انیدرید نگه دارید. |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 05/0 تا 5/0 میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری برای تهیه غلظت هایی در گستره mg/mL 5/0 – 02/0 دی تیوکربنیک انیدرید، با تولوئن به حجم برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (2/1[مساحت پیک] در برابر میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید).

نکته: آشکارساز شعله ای-فوتومتریک گستره خطی کمی دارد. ممکن است استاندارهای کاربردی بیشتری مورد نیاز باشد.1. راندمان واجذب (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. 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 (1 تا 20 میکرولیتر) از محلول استوک کالیبراسیون 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 دی تیوکربنیک انیدرید 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.

نکته: در غلظت های پایین (کمتر از 1/0 میلی گرم دی تیوکربنیک انیدرید در هر نمونه)، راندمان واجذب ممکن است کم و متغیر باشد. |
| **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): سولفور (گوگرد)
* جداساز: mL 1 تولوئن
* حجم تزریق: µL 5
* دمای تزریق: C ْ 150
* دمای آشکارساز:C ْ 145
* دمای ستون: C ْ 30
* زمان ماند برای دی تیوکربنیک انیدرید: 30 دقیقه (با برنامه ریزی دمایی می توان این زمان را کاهش داد)
* گاز حامل: نیتروژن یا هلیوم (mL/min 20)
* ستون: شیشه ای (GasChrom یا انواع مشابه)

نکته1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، بخشی از نمونه واجذب شده را با تولوئن رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.1. مساحت پیک را محاسبه کنید.
 |
| **مداخله گرها**: بخار آب یک مداخله گربالقوه است که توسط لوله رطوبت گیر حذف می شود.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب mg (تصحیح شده برای راندمان واجذب) دی تیوکربنیک انیدرید 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) دی تیوکربنیک انیدرید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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