|  |  |
| --- | --- |
| **هیدروژن سولفید** | **hydrogen sulfide** |
| **فرمول شیمیایی**: H2S**وزن مولکولی**:08/34 | **CAS** : 7783-06-4**RTECS** : MX1225000 |
| **اسامی مترادف**:هیدروژن سولفوره شده؛ هیدروسولفوریک اسید؛ گاز کبدی؛ stink damp |
| **ویژگی ها**: گاز؛ دانسیته (مایع) g/mL 54/1 در صفر درجه؛ نقطه جوش ˚c 60- ؛ فشار بخار 19/1 (air=1)؛ گستره انفجار 3/4% تا 46% حجمی در هوا |
| **حدمجاز**: **NIOSH**:20 ppm C **ACGIH**: 10ppm/10 min C **OSHA**:10ppm, 15 ppm STEL  |
| **احتیاطات ویژه**:هیدروژن پیروکسید یک اکسیدکننده قوی بوده که موجب سوختگی پوست و غشای مخاطی است. اسید سولفوریک و هیدروکسید سدیم اثر خورندگی زیادی بر همه بافت های بدن دارد. با این ترکیبات در زیر هود کار کرده و از لباس و عینک حفاظتی مناسب استفاده کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. محلول هیدروکسید آمونیوم، 25%
2. پیروکسید هیدروژن، 30%
3. هیدروکسید سدیم، 50% (وزنی/حجمی)
4. محلول استخراج، NH4OH 2/0 مولار
5. حلال: هیدروکسید سدیم 40 میلی مولار؛ mL 16/4 هیدروکسید سدیم 50% را با آب مقطر دیونیزه به حجم 2 لیتر برسانید.
6. محلول مهار کننده: اسید سولفوریک 025/0 نرمال؛ mL 4/1 اسیدسولفوریک غلیظ را با آب مقطر دیونیزه به حجم 2 لیتر برسانید.
7. محلول اولیه ی کالیبراسیون،1 میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون):1814/0 گرم سولفات پتاسیم(K 2SO4) را در 100 میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
8. هیدروژن سولفید (H2S) ؛ ترکیب گاز کالیبراسیون
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول cm 10 ، قطر خارجی mm 8 و قطر داخلی mm 6 ، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش 20/40 مشی ذغال فعال (400 میلی گرم بخش جلویی و 200 میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه 6 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 6 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. پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن Zefluor 25 میلی متری با پورسایز 45/0 میکرومتر، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار، در کاست 25 میلی متری
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 5/1 – 1/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایت گرمایی ، دستگاه ثبت نمودار و ستون
4. ویال اتوسمپلر، 4 میلی لیتری، با در پوش پیچ دار PTFE
5. لوله های سانتریفیوژ 15 میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
6. سرنگ های پلی اتیلنی 10 میلی لیتری
7. فیلتر های سرنگ ، 13 میلی متری و پورسایز 8/0 میکرونی
8. میکرو پیپت مصرفی
9. پیپت، 2، 3 و 5 میلی لیتری
10. بالن ژوژه 10 و 25 میلی لیتری
11. میکسر گردابی
 |
| **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 پیش فیلتر را توسط لوله رابط کوتاه وصل کرده 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 5/1 – 1/0 برای عبور حجم هوای 15 تا 40 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش عقبی و جلویی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه پشم شیشه و فوم اورتان را دور بیندازید.
2. 2 میلی لیتر از NH4OH 2/0 مولار و 5 میلی لیتر H2O2 را به هرکدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.
3. حداقل 10 دقیقه منتظر بمانید تا واکنش انجام شود، سپس درپوش آن را محکم بسته و به مدت 30 دقیقه تکان دهید.
4. محلول را با آب مقطر تا حجم 10 لیتر رقیق کنید، سپس درپوش آن را بسته به شدت تکان دهید.
5. نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی 10 میلی لیتری تخلیه کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 1/0 تا 20 میکروگرم از آنیون سولفات را درهر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی 10 یا 25 میلی لیتری با آب مقطر به حجم میلی لیتر برسانید.
* محلول فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 اندازه گیری)
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم SO42- در هر نمونه).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* غلظت هایی از H2S را توسط مخلوط گاز کالیبراسیون آماده کنید.
* نمونه ها را در دبی L/min 1 به مدت 30 دقیقه جمع آوری کنید.
* درپوش لول ها 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 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم سولفات 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. یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
* آنالیت( ماده مورد تجزیه): SO42-  (یون سولفات)
* حلال: هیدروکسید سدیم 40 میلی مولار
* جداسازی: 2 میلی لیتر از NH4OH 2/0 مولار بعلاوه 5 میلی لیتر H2O2 30%
* حجم تزریق: Lµ 50
* ستون ها: Ion-Pac AS4A separator
1. 50 میکرولیتر از نمونه را به صورت دستی یا با استفاده از اتوسمپلر تزریق کنید.
2. ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید. |
| **مداخله گرها**:دی اکسید گوگرد تداخل مثبت ایجاد می کند. |
| **محاسبات**:1. جرم بر حسب میکروگرم (تصحیح شده برای راندمان واجذب) آنیون (SO42-) را در قسمت جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (Bf) و عقبی (Bb) لوله شاهد 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) هیدروژن سولفید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left(W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b}\right).F}{V} , mg/m^{3}$$در این رابطه:F (فاکتور تبدیل یون سولفات به هیدروژن سولفید)= 3548/0 (نسبت وزن مولکولی H2S به وزن مولکولی SO42- )  |