مؤسسه علمی آموزشی
فرهیختگان راه دانش

نمونه

بهداشت حرفه ای

درسنامه - نکات کلیدی - تست های فصل به فصل

مؤلف: حاجی امید کلته
رتبه۱ کارشناسی ارشد
سهند غفوری
کارشناسی ارشد تربیت مدرس

به نام خالق

بهداشت حرفه ای

تألیف و گردآوری: حاجی امید کلته

« رتبه ۱ کارشناسی ارشد »

سهند غفوری

« کارشناسی ارشد تربیت مدرس »

مؤسسه علمی آموزشی فرهیختگان راه دانش

قبولی، کمترین موفقیت شماست

مقدمه:

موسسه علمی آموزشی فرهیختگان راه دانش با هدف ارائه کیفی ترین خدمات آموزشی و با تلاش گسترده توانست مجموعه‌ای از خدمات آموزشی را که از نظر علمی، به روز بودن مطالب، پوشش دادن مطالب رفرنس‌ها و بازدهی در زمره بهترین‌ها است ارائه دهد.

مشاوره و پشتیبانی تحصیلی:

مشکل عدیده ای که بیشتر داوطلبان با آن مواجه هستند و هر ساله با وجود صرف هزینه‌های مالی و زمان زیاد نمی توانند در آزمون قبول شوند به این دلیل می‌باشد که داوطلبان آگاهی کافی از منابع مطالعاتی، روشهای مطالعه و مرور مطالب صحیح، روشهای تست زنی و مدیریت زمان را ندارند بنابراین موسسه فرهیختگان جهت تحکیم رسالت خود که همواره ارتقاء کیفیت آموزش بوده است جمعی از برترین مشاورین و رتبه‌های تک رقمی را به خدمت گرفته است تا با ارائه منابع مطالعاتی کاربردی، آموزش روش‌های مطالعه و مرور مطالب هر درس، نحوه تست‌زنی صحیح و برنامه مطالعاتی روزانه و هفتگی به داوطلبان، آنها را از سردرگمی درآورده و با ایجاد انگیزه و تمرکز در داوطلبان سبب موفقیت آنها در آزمون گردد.

بسته‌های آموزشی موسسه:

بسته‌های آموزشی که به داوطلبان ارائه می‌گردد حاصل ماه‌ها تلاش بی پایان گروه علمی موسسه (که ترکیبی از رتبه‌های تک رقمی دکتری و کارشناسی ارشد و اساتید دانشگاه‌های تهران) می‌باشد که با در نظر گرفتن منابع وزارت بهداشت تالیف گردیده است. در این بسته‌ها تلاش شده است که درسنامه به صورت شرح جامعی از دروس ارائه گردد و جهت تفهیم بیشتر مطالب، نکات کلیدی منابع وزارت بهداشت و نکات تستی سوالات کنکور سال‌های اخیر نیز به درسنامه اضافه گردیده است و جهت محک و خودآزمایی داوطلبان، تست‌های هر فصل همراه با پاسخنامه گنجانده شده است. به این ترتیب بسته‌های آموزشی موسسه فرهیختگان را از نظر پوشش دادن سرفصل های آزمون به مجموعه‌ای کم نظیر تبدیل نموده به نحوی که داوطلب با مطالعه و جمع‌بندی بسته های آموزشی موسسه همراه با مطالعه منابع وزارت بهداشت براحتی پاسخ‌گوی بیشتر سوالات کنکور خواهد بود.

بسته‌های آموزشی موسسه هر سال ویرایش و به روز گردیده و نکات، مطالب و تست‌های جدید نیز به آن اضافه می‌گردد.

آزمونهای آزمایشی :

داوطلبان رشته‌های مختلف بایستی جهت محک و خودآزمایی خود و جمع‌بندی مطالب بایستی برنامه ریزی مطالعاتی صحیح داشته باشند. موسسه با در نظر گرفتن شرایط داوطلبان مختلف اقدام به برگزاری آزمون‌های آزمایشی ۹مرحله‌ای و ۳ مرحله‌ای در ۲۸ رشته نموده است.

۲ نکته بارزی که آزمون‌های آزمایشی موسسه فرهیختگان را از دیگر موسسات متمایز می‌نماید این است که در آزمون‌های آزمایشی موسسات دیگر، سوالات زبان به صورت جامع و کلی طرح می‌گردد که این موضوع سبب سردرگمی داوطلبان گردیده و داوطلبان نمی دانند مطالعه درس زبان انگلیسی را از کدام منبع مطالعاتی شروع کنند، به همین دلیل اکثریت قریب به اتفاق داوطلبان مطالعه درس زبان را رها نموده و این موضوع لطمه بزرگی به داوطلب وارد می‌کند به نحوی که ممکن است داوطلب در چندین درس یک رشته تسلط کافی داشته باشد و در آزمون اصلی نیز درصدهای خوبی را کسب کرده باشد ولی با توجه به اینکه درس زبان را مطالعه نکرده معمولا این درس را سفید و یا درصد بسیار ضعیفی کسب نماید که این مقوله سبب عدم قبولی داوطلب با وجود شایستگی‌های علمی وی می‌گردد. موسسه فرهیختگان جهت برطرف نمودن این مشکل و چه بسا معضل، اقدام به ارائه طرح درس و سرفصل زبان انگلیسی در آزمون‌های آزمایشی خود نموده تا داوطلبان بتوانند با برنامه ریزی صحیح مطالعه زبان انگلیسی(که ضریب بالایی دارد) را انجام داده و دچار سردرگمی نشوند، این روش سبب می‌شود که داوطلب با طبقه بندی مبحثی، درس زبان را مطالعه نمایند.

نکته دوم اینست که فواصل زمانی آزمون‌های آزمایشی (۶مرحله طبقه بندی و ۳ مرحله جامع) با توجه به حجم مطالب تنظیم گردیده است، تا داوطلب بتواند با مطالعه بدون استرس و صحیح و مرور و جمع بندی مطالب به آمادگی کامل دست یابد.

داوطلبان می‌توانند بعد از ثبت نام جزوه روش‌های مطالعه صحیح، روشهای مرور و تست‌زنی را به صورت رایگان از موسسه دریافت نمایند.

کلاسهای آمادگی :

با توجه به این که بیشتر دانشجویان در دانشگاه به دلیل ساعات کلاسی کم، موفق به یادگیری مطالب دروس تخصصی نمی‌شوند و با مطالعه چند باره جزوات نیز، بسیاری از نکات برای آنها قابل فهم و یادگیری نمی‌باشد. موسسه فرهیختگان با در نظر گرفتن شرایط داوطلبانی که امکان استفاده از کلاس‌های آمادگی حضوری را ندارند اقدام به تهیه و تدوین DVDهای آموزشی (با استفاده از تدریس اساتید برتر دانشگاه‌های تهران) در دروس مختلف نموده است. سبک تدریس در این کلاس‌ها بمانند کلاس‌های حضوری شامل شرح درس، نکته گویی و حل تست می‌باشد.

داوطلبان رشته‌های مختلف می‌توانند جهت بهره‌گیری از خدمات آموزشی موسسه (بسته‌های آموزشی، آزمون‌های آزمایشی، کلاس‌های آمادگی و مشاوره و پشتیبانی تحصیلی) می‌توانند به نمایندگی‌های سراسر کشور مراجعه نموده و یا با دفتر مرکزی موسسه ۲۴ ۹۵ ۹۷ ۶۶ - ۰۲۱ تماس حاصل فرمایند.

امید است که در سایه حق تعالی و بهره‌مندی از تلاش خود و خدمات آموزشی موسسه شما عزیزان به موفقیت‌های بزرگتری دست یابید.

با آرزوی موفقیت

مدیریت موسسه فرهیختگان راه دانش

نمونه‌برداری و تجزیه آلاینده‌ها

تعریف نمونه هوا: مقداری از هوای یک محل که غلظت مواد آلوده‌کننده موجود در آن برابر متوسط غلظت آلودگی در هوایی باشد که نمونه از آن گرفته شده است.

اهداف نمونه‌برداری: به منظور نظارت و مراقبت‌های بهداشتی و ارائه‌ی طرح‌های کنترلی جهت انجام تحقیقات بهداشتی با اهداف اپیدمیولوژیکی.

سه محل جهت نمونه‌برداری از هوا:

ـ منطقه‌ی تنفسی کارگر (پراهمیت‌ترین روش نمونه‌برداری) نیم‌دایره‌ای به شعاع ۲ft

ـ نزدیک‌ترین نقطه به محل آلودگی (تعیین مقدار انتشار آلاینده)

ـ هوای عمومی کارگاه

عوامل مؤثر بر مدت نمونه‌برداری:

ـ **حساسیت روش تجزیه:** هر چه میزان حساسیت دستگاه بالاتر باشد مدت زمان نمونه‌برداری کاهش می‌یابد به عنوان مثال دستگاه جذب اتمی مجهز به کوره کمترین مقادیر را نشان می‌دهد. پس به مدت زمان کمتری جهت نمونه‌برداری نیاز است.

ـ **دبی نمونه‌برداری:** در نمونه‌برداری از آئروسل‌های هوای شهری زمان نمونه‌برداری را ۲۴ ساعت در نظر می‌گیرند که از فیلترهای بزرگ و پمپ‌های مکنده الکتریکی استفاده می‌کنند.

ـ **نوع وسیله‌ی نمونه‌گیر:** چنانچه نمونه‌گیر جاذب سطحی است، بهتر است زمان نمونه‌برداری کمتر از ۲ ساعت باشد.

ـ **حد آستانه مجاز**

ـ **تراکم پیش‌بینی شده مواد آلاینده:** هر چه تراکم مواد آلاینده در محیط کار بیشتر باشد بایستی زمان نمونه‌برداری کاهش یابد چون باعث افزایش بار نمونه‌گیر Over loading می‌شود.

حداقل حجم هوای نمونه‌برداری

حداقل حجم موردنیاز لیتر $M.R.V = \frac{S \times 22400}{TlV \times M} \times \frac{760}{P} \times \frac{273+t}{273}$

M: وزن مولکولی

S: حساسیت روش تجزیه برحسب mg

P: فشار بر حسب mmHg

TlV: حد آستانه مجاز mg/lit

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

b: دما بر حسب درجه سانتی‌گراد

اگر دما $25^{\circ}C$ و فشار هوا 760mmHg باشد

$$M.R.V = \frac{S \times 24450}{TlV \times M}$$

حجم هوای نمونه‌برداری شده

$$V = Q \times T$$

Q: دبی هوا

T: مدت زمان

دبی بهینه جهت نمونه‌برداری با جاذب‌های سطحی بین $\frac{ml}{min}$ ۲۰۰ تا ۵۰ و در بعضی مواقع $\frac{lit}{min}$ ۰/۵ است. در صورتی که میزان آلودگی در محیط زیاد باشد دبی باید کاهش یابد؛ چون باعث ترک مواد آلاینده Break through از جاذب می‌شود.

چه مواردی در تعیین تعداد نمونه مهم‌اند:

ـ هدف نمونه‌برداری

ـ غلظت آلاینده

ـ **نحوه‌ی انتشار مواد آلاینده**: اگر انتشار یکنواخت و کارخانه ۳ شیفته باشد، ۲ تا ۵ نمونه کافی است. اگر هدف، بررسی و کنترل مواد مخاطره‌آمیز است، ۱ تا ۲ نمونه قبل و همین‌طور بعد از اعمال کنترل

تعیین تعداد نمونه به روش آماری

$$N = \frac{Z^2 \delta^2}{d^2}$$

N: تعداد نمونه

δ: انحراف معیار در بررسی اولیه مقدماتی

d: حداکثر خطای نمونه‌برداری

روش‌های نمونه‌برداری

روش غیرفعال Passive sampling:

آلاینده در یک میزان کنترل شده توسط فرآیندهای فیزیکی نظیر انتشار از میان لایه‌ای از هوای ساکن نفوذ یا از

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

طریق غشا به وسیله‌ی جریان هوای طبیعی به دام انداخته می‌شود.

معمول‌ترین بسترهای جاذب جامد زغال فعال و تناکس هستند.

مزایای نمونه‌برداری پسیو

ـ سهولت استفاده

ـ عدم تداخل با فعالیت کارگر

ـ کاربرد وسیع در مکان‌هایی مانند معادن

ـ سبکی و کوچکی، کم هزینه بودن، عدم نیاز به کالیبراسیون

ـ قابلیت استفاده مجدد در بازیافت حرارتی

معایب نمونه‌برداری پسیو

ـ جهت به دست آوردن نتایج معتبر نیاز به تعداد زیادی نمونه‌گیری است.

ـ دقت نتایج تحت تأثیر دما، رطوبت و سرعت جریان هوا قرار می‌گیرد.

ـ نمونه جمع‌آوری شده، مستعد آلودگی ثانویه حین حمل و نقل و تجزیه است.

ـ در محیط پر گرد و غبار با قابلیت جذب گازها و بخارات توسط گرد و غبار با نشت بر روی نمونه‌بردار بار آلودگی بیش از حد معمول می‌شود.

ـ می‌بایست بعد از نمونه‌گیری در کیسه‌های مخصوص نگه‌داری شوند.

ـ رقابت ترکیبات موجود در هوا برای جذب روی نمونه‌بردار

در نمونه‌برداری پسیو غشایی اگر غشا با دست لمس شود، چربی پوست سبب مسدود شدن سوراخ‌ها می‌شوند.

ـ حداقل سرعت روبه‌رو بین $\frac{m}{s}$ ۰/۱-۰/۵ می‌باشد. سرعت‌های بالاتر سبب توربلانت هوا و غلظت را تحت تأثیر قرار می‌دهند.

اصول جمع‌آوری گازها و بخارات در نمونه‌برداری‌های پسیو

۱ـ انتشار (Diffusion)

میزان جذب نمونه، تابعی از ضریب انتشار ماده موردنظر است + سطح مقطع کلی منافذ + لایه‌ی جاذب زغال فعال و لایه هوای راکد.

قانون فیکس $W = \frac{D.A(C_1 - C_0)}{L}$

W: میزان انتقال آلاینده به داخل نمونه‌گیری $g/s-cm^2$

A: سطح مقطع جاذب cm^2

C_1 : غلظت آلاینده در سطح تماس جاذب g/cm^2

D: ضریب انتشار آلاینده در هو

L: طول مسیر انتشار (cm)

C_0 : غلظت آلاینده در هوا g/cm^2

رابطه ضریب انتشار یک گاز یا بخار با فشار هوا و دما:

$$D \times \frac{T^{3/2}}{P}$$

یکی از منابع اساسی خطا در این نمونه‌برداری‌ها ناشی از خصوصیت زمان نمونه‌برداری است. در هنگام نمونه‌برداری از هوایی که غلظت با سرعت زیاد در حال نوسان است.

۲ـ مکانیسم نفوذ: عوامل مؤثر بر نفوذ (Permeation)

ـ ضخامت و یکنواختی غشا

ـ میل ترکیبی آلاینده با غشا

ـ کاهش یا افزایش سطح غشا

بج‌های بخارات آلی فرار

شامل دو قسمت زغال فعال هستند. هدف از بخش مکمل به دام‌اندازی دوباره از بخش بالایی است.

تجزیه دستگاهی: بازیافت توسط حلال CS_2 و تجزیه با گاز کروماتوگرافی

عوامل مداخله‌گر: رطوبت، دما، وجود بخارات آلی دیگر Break throngh.

نمونه‌برداری پسو فرمالدئید: از بی سولفات سدیم به صورت محلول و یا آغشته به فیلتر به عنوان بستر جمع‌آوری استفاده می‌شود. فنول عامل مداخله‌گر است.

نمونه‌برداری پسیو جیوه: مقدار بر اساس تغییرات الکتریکی در طول فویل تعیین می‌شود دبی تحت تأثیر تغییرات دمایی است. کلرین عامل اختلال در جمع‌آوری جیوه است.

نمونه‌برداری NO_2: توسط (تری اتانول آمین) (TEA) جذب می‌شود. یون نیترات NO_2^- را با اسپکتروفتومتری اندازه‌گیری می‌کنند.

نمونه‌برداری SO_2: جذب به وسیله‌ی تری اتانول آمین (TEA) تجزیه با دستگاه یون کروماتوگرافی.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

روش نمونه‌برداری پسیو

اگر محل نمونه‌برداری منطقه‌ی تنفسی است نمونه‌بردار به یقه‌ی کارگر وصل می‌شود، چنانچه محل نمونه‌برداری منطقه عمومی کارگاه است، نمونه‌بردار را در ارتفاع ۱/۵ متری از سطح زمین قرار می‌دهیم.

حداقل زمان نمونه‌برداری $Min.ST = \frac{S}{0/2 \times TlV \times k}$

S: حساسیت روش تجزیه

C: ظرفیت نمونه‌گیر ngr

TlV: حد آستانه مجاز

k: ضریب نمونه‌برداری $\frac{cm^3}{min}$

حداکثر زمان نمونه‌برداری $Max.ST = \frac{C}{2 \times TlV \times k}$

وسایل نمونه‌گیر غیرفعال: زغال فعال، تناکس، کربوترب و نمونه‌گیر مایع

تعیین تراکم آلاینده‌ها در محیط

$$mg/m^3 = \frac{10^6 \times w}{R\,k.t}$$

W: وزن آلاینده جمع‌آوری شده mg

k: ضریب دبی

R: میزان بازیافت نمونه

t: مدت زمان min

تبدیل واحد مقادیر mg/m^3 به ppm:

$$ppm = \frac{mg}{m^3} \times \frac{24/47}{Mw}$$

Mw: وزن مولکولی برحسب گرم

تصحیح بر حسب دما $C = ppm \times \frac{(298k)^{1/2}}{Ts}$ $\qquad C = \frac{mg}{m^3} \times \frac{(298k)^{1/2}}{Ts}$

C: غلظت تصحیح شده

Ts: دمای محل نمونه‌برداری k°

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

وسایل رنگ سنجی غیرفعال (Dosimeter tube)

براساس ۲ متغیر مقادیر مشخص می‌شوند:

۱ـ طول رنگ

۲ـ شدت رنگ

در این دزیمترها سرعت $۰/۱ \frac{ml}{min}$ است.

نمونه‌برداری فعال (Active sampling)

۱ـ استفاده از جاذب‌های سطحی

۲ـ بطری‌های گازشوی

۳ـ فیلتر آغشته به ترکیبات شیمیایی

۴ـ جاذب‌های سطحی اشباع شده

۵ـ بطری گازشوی با فیلتر، جاذب سطحی یا فیلتر آغشته

۱ـ جاذب سطحی: مهم‌ترین و پراستفاده‌ترین جهت نمونه‌برداری از گازها و بخارات می‌باشد. در عمل جذب سطحی ماده جاذب، گاز یا بخار را به صورت لایه‌ی مولکولی به خود می‌گیرد.

زغال فعال، سیلیکاژل، تناکس، کروموزب، پروپاک، کربوترب و مولکولارسیو (نمونه‌برداری از هوای شهرها، بیرون محیط کار)

عوامل مؤثر در جذب سطحی آلاینده‌ها

۱ـ دما: افزایش دما سبب کاهش جذب سطحی و ترک آلاینده می‌شود.

۲ـ رطوبت: افزایش رطوبت باعث افزایش ترک‌آلاینده از جاذب سطحی می‌گردد.

۳ـ دبی: افزایش دبی بیش از ۵۰۰ml/min باعث افزایش ترک آلاینده می‌شود.

۴ـ غلظت: افزایش غلظت آلاینده سبب ترک آلاینده می‌گردد.

۵ـ وجود چند ترکیب شیمیایی به صورت توأم: در موارد قطبی، ترکیب با قطبیت بالاتر جاذب را ترک نمی‌کند. اگر چندین ترکیب غیرقطبی جذب جاذب سطحی شوند، ترکیب با حجم مولکولی بزرگ‌تر یا نقطه جوش بالاتر بهتر به وسیله‌ی جاذب نگه داشته می‌شود.

۶ـ شکل ظاهری جاذب: کوچک بودن ابعاد ذرات جاذب سبب افزایش بازدهی جذب سطحی می‌شود.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

۷ـ اندازه لوله‌ی جاذب: افزایش طول لوله سبب کاهش ترک آلاینده است.

بزرگ‌ترین مشکل در ارتباط با جمع‌آوری ترکیبات شیمیایی Break through است. چنانچه آلاینده در بخش عقبی کمتر از $\frac{1}{10}$ بخش جلو می‌باشد BT اتفاق نیفتاده است.

Migration: در طی نگهداری نمونه و قبل از تجزیه وجود دارد شبیه ترک آلاینده است.

انواع جاذب‌های سطحی

۱ـ زغال فعال: مهم‌ترین و پراستفاده‌ترین وسیله‌ی نمونه‌برداری از گازها و بخارات در هوای محیط کار است. زغال فعال با منشأ پوست نارگیل ظرفیت بیشتری نسبت به زغال فعال با منشأ پترولیوم دارد.

جهت نمونه‌برداری از ترکیبات آلی O_3، NO_2، SO_3 و H_2S مناسب نیست.

زغال فعال یک ترکیب غیرقطبی بوده و رطوبت هوا را جذب نمی‌کند که سبب کاهش راندمان و ترک آلاینده از جاذب شود.

لوله‌های حاوی کربن فعال در دو قسمت mg ۵۰ و ۱۰۰ تولید می‌شود که قسمت ۵۰ میلی‌گرم به پمپ وصل می‌شود. علت دو قسمت بودن زغال فعال در داخل لوله جهت اعتبارسنجی نمونه‌برداری است. اگر نمونه‌برداری در قسمت ۵۰mg بیش از ۱۰ درصد قسمت ۱۰۰mg باشد نمونه‌برداری اعتبار ندارد. طول لوله‌ی کربن فعال ۷cm و قطر داخلی آن ۴mm و قطر خارجی آن ۶mm است.

۲- نمونه زغال فعال جهت نمونه‌برداری:

۱ـ زغال فعال با منشأ نارگیل: برای عمده ترکیبات شیمیایی

۲ـ زغال فعال با منشأ پترولیوم: ۱- ۱ دی کلرو ۱- نیترواتان

مناسبت‌ترین دبی پمپ $\frac{ml}{min}$ ۲۰۰-۵۰ جهت نمونه‌برداری با زغال فعال

CS_2 (دی‌سولفید کربن) حلالی مناسب جهت بازیافت شیمیایی آلاینده از زغال فعال است.

جهت نمونه‌برداری از دی سولفید کربن علاوه بر زغال فعال از یک لوله‌ی شیشه‌ای حاوی ۲۷۰ میلی‌گرم از گرانول‌های سولفات سدیم استفاده می‌شود.

زغال فعال، فرم بی‌شکل کربن است.

چون ماده CS_2 در دستگاه گاز کروماتوگرافی حساسیت ندارد و پیک ایجاد نمی‌کند. از این ماده جهت بازیافت نمونه استفاده می‌شود، CS_2 ماده‌ای بسیار بدبو است.

در ۹۵ درصد موارد از آنالیز مواد نمونه‌برداری شده توسط زغال فعال از گاز کروماتوگرافی GC استفاده می‌شود.

در ۹۵ درصد موارد آماده‌سازی نیز از CS_2 برای بازیافت ماده از جاذب استفاده می‌شود.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

روش استفاده از CS_2 جهت بازیافت نمونه‌ها از جاذب سطحی:

لوله‌ی حاوی زغال فعال را شکسته و دو قسمت ۱۰۰ و ۵۰ میلی‌گرم را جداگانه در دو ویال قرار داده و به هر کدام ۱ml CS_2 اضافه می‌کنیم و به مدت ۳۰ دقیقه تکان می‌دهیم.

مواد نمونه‌برداری شده از زغال فعال به طور ۱۰۰ درصد جدا می‌شوند.

جهت تهیه‌ی نمونه‌ی فراهم شده از پروپیلین دی‌کلرید از ۱ml محلول ۱۵ درصد استون در سیلکوهگزان استفاده می‌گردد.

جهت آماده‌سازی نمونه فراهم شده از وینیل بروماید ۱۵ میلی‌متر اتانول را اضافه کرده و به مدت ۳۰ دقیقه در ظرف التراسونیک قرار داده شود.

جهت بازیافت بعضی ترکیبات همچون اتانول از دستگاه التراسونیک استفاده می‌گردد.

ظرف التراسونیک با ارتعاشات مولکولی دو کاربرد دارد:

۱ـ جدا کردن ماده محلول در مایع

۲ـ ایجاد جنبش مولکولی و برخورد بین مولکول‌ها

۲ـ سیلیکاژل: اسید سولفوریک + سیلیکات سدیم

فرم بی‌شکل سیلیس که ترکیبی قطبی است و ترکیبات قطبی را جذب می‌کند پس جاذب رطوبت می‌باشد و افزایش جذب رطوبت باعث ترک آلاینده از آن می‌گردد. به هر میزان قطبیت ترکیبات آلاینده بالاتر باشد جذب بهتر صورت می‌گیرد.

عوامل مؤثر در جذب ترکیبات شیمیایی در سیلیکاژل:

۱ـ حدود ذرات ژل

۲ـ قطر و طول لوله‌ی سیلیکاژل

۳ـ دمای نمونه‌برداری

۴ـ غلظت آلاینده در محیط

۵ـ رطوبت هوا

۶ـ مدت زمان

۷ـ قطبیت

سیلیکاژل سفید رنگ است با گرانول‌های براق و دانه‌ای شکل در اندازه‌های مختلف.

سیلیکاژل درون لوله‌ای است که به دو قسمت ۱۵۰mg و ۷۵mg تقسیم شده است. طول لوله ۷cm، قطر داخلی

آن ۴mm و قطر خارجی آن ۶mm می‌باشد که دو طرف آن مسدود است.

بین دو قسمت ۱۵۰mg و ۷۵mg یک لایه ۲mm و در قسمت انتهای لوله نیز یک لایه‌ی ۳ میلی‌متری از کف پلی‌اورتان قرار دارد. اگر مقدار جمع‌آوری آلاینده در قسمت ۷۵mg بیش از ۱۰ درصد قسمت ۱۵۰mg باشد ترک آلاینده صورت گرفته است.

برای آماده‌سازی و استخراج مواد از سیلیکاژل از ترکیبات قطبی مثل اتانول و متانول استفاده می‌شود.

متانول ترکیب قطبی است که برای استخراج ترکیبات قطبی از سیلیکاژل پس از نمونه‌برداری استفاده می‌شود. در عمل بازیافت از سیلیکاژل جهت بسیاری از ترکیبات شیمیایی از ظرف التراسونیک و ترکیبات متانول و اتانول استفاده می‌گردد.

جهت استخراج آمین‌های آلیفاتیک مثل دی‌اتیل‌آمین، دی‌متیل آمین و گروه آمین‌های اتانل از متانول استفاده می‌شود.

بعد از نمونه‌برداری لوله‌ی سیلیکاژل را شکسته و دو قسمت را در دو ظرف جداگانه حاوی متانول یا اتانول ریخته و در دستگاه اولتراسونیک قرار می‌دهیم.

مزایای نمونه‌برداری با سیلیکاژل

۱ـ قابل حمل بودن وسیله‌ی نمونه‌گیر

۲ـ سهولت نمونه‌برداری

۳ـ عدم استفاده از مایعات در موقع نمونه‌برداری

۴ـ امکان تجزیه مجدد و استفاده همزمان جهت نمونه‌برداری از چند ترکیب شیمیایی

در عمل استخراج ممکن است آب یا ذرات مزاحم باشند، جهت حذف ذرات مزاحم از فیلتر استفاده می‌شود. جهت حذف آب از نمک استفاده می‌شود.

برای حذف رطوبت از سولفات منیزیم یا سولفات سدیم استفاده می‌شود.

در آماده‌سازی نمونه‌ی فراهم شده از استن برای حذف رطوبت، از سولفات سدیم استفاده می‌شود.

۳ـ کربوترپ: بنیان این ماده کربنی است. شکل گرافیتی کربن است با $۲۰۰۰^{\circ}C$ تحت عبور گاز بی‌اثر ایجاد شده. یک جاذب بسیار حساس است که قابلیت استفاده مجدد تا ۵۰۰ بار را داشته در تجزیه به روش Thermal desorbtion. اما به روش شیمیایی نمی‌توان آن را آماده‌سازی کرد.

مورد استفاده این جاذب جهت نمونه‌برداری از مواد فرار است. شکل آن به صورت دوده است. دبی نمونه‌برداری $۵۰-۱۰۰ \frac{ml}{min}$ است که با هدف تهیه‌ی حجم نمونه‌ی ۱ الی ۶ لیتر انجام می‌گیرد.

۴ـ مولکولرسیو: جاذب سطحی با بنیان کربنه که در نتیجه‌ی پیرولیز پلیمرهای مصنوعی و یا ترکیبات پترولیوم تهیه می‌شوند.

۵ـ کروموزوب و پروپاک: کاربرد نمونه‌برداری و پر کردن ستون کروماتوگرافی شامل ترکیبی از استیرن با دی‌وینیل‌بنزن، اتیل وینیل‌بنزن و وینیل بنزن که با هر دو روش بازیافت حرارتی و شیمیایی مورد استفاده قرار می‌گیرند.

۶ـ تناکس: جهت نمونه‌برداری از ترکیبات آلی فرار با غلظت خیلی کم کاربرد دارد. بازیافت حرارتی دارد و جاذب آب و CO_2 نمی‌باشد. از معایب آن وارد شدن در واکنش با اکسیدکننده‌ها می‌توان اشاره کرد. پس از استفاده با متانول یا استون شسته شده و دوباره مورد استفاده قرار می‌گیرد. در نمونه‌برداری‌های محیط‌های شغلی کاربرد وسیعی دارند.

سه ترکیب تناکس، کروموزوب و پروپاک تحمل درجه حرارت‌های بالا دارند؛ در حالی‌که سیلیکاژل و زغال فعال تحمل این حرارت‌ها را ندارند.

۷ـ آمبرزوب: ترکیباتی از کربن فعال و پلیمرهای خلل و فرجدار است که نمونه‌برداری از هیدروکربن‌های هالوژنه و سایر ترکیبات غیرقطبی استفاده می‌شوند.

۸ـ XAD_2 – XAD_7 – XAD_8: ترکیباتی از کروموزوب و پروپاک هستند که کمپانی سازنده آنها ترکیبات خاصی را به آنها اضافه کرده که مشخص نیست این دسته از جاذب‌های سطحی پلیمری هستند. جهت آماده‌سازی این ترکیبات به روش شیمیایی عمل می‌شود. از جاذب با استفاده از استون نمونه را استخراج می‌کنیم. علاوه بر استن از استات اتیل هم برای استخراج استفاده می‌شود. برای استخراج نیترو اتان، نیترو متان، نیکوتین و نفتالن از استات اتیل استفاده می‌شود. برای تجزیه نیکوتین از گاز کروماتوگراف مجهز به آشکارساز NPD استفاده می‌شود. جهت تجزیه نیترواتان از گاز کروماتوگراف مجهز به آشکارساز FID استفاده می‌شود.

XAD_2 پوشش داده شده با اسید اکتانیک:

برای نمونه‌برداری از دیازومتان استفاده می‌شود که تولید متیل اکتانات می‌نماید.

ـ جاذب سطحی پوشش داده شده با وان نفتیل ایزوسیانات جهت نمونه‌برداری دی‌اتیلن تری‌آمین، تری اتیلن تترآمین و اتیلن دی‌آمین استفاده می‌شود و روش تجزیه‌ی نمونه‌ها Hplc می‌باشد.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

برای آماده‌سازی نمونه‌های جمع‌آوری شده از جاذب‌های سطحی اشباع شده تولوئن از استفاده می‌شود که به مدت ۶۰ دقیقه در حمام التراسونیک انجام می‌گیرد. جهت تجزیه نمونه حاوی استالدئید از آشکارساز FID و برای اکسید اتیلن از آشکارساز ECD استفاده می‌شود.

۹ـ آلومیناژل: ترکیب شیمیایی آن آلومینیوم اکسید است. ترکیبات قطبی و نیز ترکیبات با وزن مولکولی بالا را جذب می‌کند.

۱۰ـ فلورسیل: ساختمان شیمیایی آن براساس اسید سیلسیک بوده و جهت نمونه‌برداری از بی‌فنیل پلی‌کلرنیتید و بعضی آفت‌کش‌ها مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۲ـ بطری‌های گازشوی: جهت نمونه‌برداری و تجزیه‌ی گازها و بخارات است، با گنجایش ۳۰ml تا ۲۰ اساس کار بطری‌های گازشوی ایجاد تماس کافی بین هوای نمونه‌برداری شده و سطح مایع جهت جذب کامل آلاینده است.

عوامل مؤثر در جمع‌آوری آلاینده به وسیله‌ی بطری گازشوی:

۱ـ دبی نمونه‌برداری
۲ـ حلالیت آلاینده در محلول
۳ـ پخش و انتشار آلاینده در مایع
۴ـ فشار بخار آلاینده در دمای نمونه‌برداری
۵ـ فراریت مایع جاذب
۶ـ واکنش‌پذیری آلاینده با جاذب
۷ـ مدت زمان نمونه‌برداری
۸ـ نوع آلاینده‌ای که نمونه‌برداری می‌شود.

بطری گازشوی متوسط گنجایش بین ۲۰-۳۰ml را دارند.

بابلرهای متخلخل: ورودی هوا در انتها به صورت بستر متخلخل درآمده و سبب ایجاد سطح تماس کافی گاز یا بخار با محلول جاذب می‌شود.

استفاده از بطری به علاوه فیلتر برای آئروسل‌هایی مانند آفت‌کش‌ها و حشره‌کش‌های فسفره در بطری‌های گازشوی هر چه دبی بیشتر باشد ترک آلاینده هم بیشتر است.

در بعضی از نمونه‌برداری‌ها به وسیله‌ی بطری گازشوی مرحله‌ی آماده‌سازی لازم نیست و محلول مستقیماً به

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

دستگاه GC وارد می‌شود.

لیندان و آلدرین که هم به شکل گازی در محیط وجود دارند هم ذره‌ای جهت نمونه‌برداری از فیلتر و بطری گازشوی استفاده می‌شود. برای آماده‌سازی فیلتر را به مایع داخل بطری گازشوی انداخته که حاوی ۱۵ml ایزو اکتان می‌باشد پس از حمل به آزمایشگاه محلول را به مدت ۳۰ دقیقه به هم می‌زنیم آنگاه با دستگاه GC تجزیه می‌نماییم. در بعضی مواقع جهت نمونه‌برداری در داخل بطری گازشوی از محلول سود استفاده می‌شود. محلول سود مستقیماً به GC تزریق نمی‌شود چون سود باعث خرابی دستگاه GC می‌شود.

۳ـ فیلترهای نمونه‌برداری: انتخاب فیلتر وابسته به خاصیت فیزیکی و شیمیایی آئروسل و همچنین روش تجزیه است. جمع‌آوری مواد روی فیلترها براساس برخورد با سطح فیلتر، جلوگیری از خروج مواد، چسبندگی مواد، انتشار و خاصیت الکتریسیته‌ی ساکن می‌باشد.

از فیلترها برای جمع‌آوری هیدروکربن‌هایی مانند آفت‌کش‌ها و سموم حشره‌کش فسفره که در محیط کار به صورت آئروسل هستند استفاده می‌شوند.

برای جمع‌آوری ترکیبات آلی از فیلترهای غشایی استر سلولزی ـ پلی وینیل کلراید، فایبر گلاس و پلی‌تترافلوئورواتیلن استفاده می‌شود.

فیلترهای استرسلولزی شامل سه گروه (استرنیترات، استراستات و استرهای مخلوط) هستند.

استر نیترات: نیترات سلولز را حل می‌کند. استراستات: بی‌اثر هستند و نسبت به دبی بالا و تبادلات شیمیایی مقاوم هستند.

استر مخلوط: استراستات + استر نیترات می‌باشد که قطر ۳۷mm، خلل و فرج ۰/۸ و ۰/۴۵ میکرون در دسترس هستند.

معایب فیلترهای استرسلولزی: نازکی، تردی، مسدود شدن آنها به وسیله‌ی قطرات مایع می‌باشد. فیلترهای غشایی استرسلولزی به راحتی در اسید حل می‌شوند و جهت جمع‌آوری فلزات استفاده و در تجزیه با جذب اتمی کاربرد دارند.

فیلتر غشایی نقره‌ای: جهت آماده‌سازی نمونه‌های تولید شده در هوا در تجزیه با دستگاه پراش اشعه X تنها فیلتری که بعد از خشک شدن قابلیت استفاده‌ی مجدد دارد.

فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC): جهت نمونه‌برداری از ذرات استفاده می‌شود جاذب رطوبت نیستند و به آسانی با استن حل می‌شوند. برای نمونه‌برداری از سیلیکا اکسید روی و ترکیباتی که تجزیه‌ی آنها با پراش اشعه X مناسب هستند. قدرت مکانیکی ضعیف و قطرات مایع باعث جمع شدن فیلتر می‌شود.

پلی تترافلوئور و اتیلن (PTFE): نسبت به اسیدهای رقیق مقاومند و حرارت $^{\circ}C$ ۲۶۰-۱۰۰ را تحمل می‌کنند.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

فایبرگلاس: راندمان و مقاومت حرارتی بالایی دارند. اما به نسبت مقاومت کمی در برابر دبی‌های بالا دارند. در نمونه‌گیری‌های با حجم بالا مورد استفاده قرار می‌گیرند. جهت نمونه‌برداری از آفت‌کش‌ها و نمونه برداری‌های محیطی مورد استفاده قرار می‌گیرند.

فیلترهای پلی کربناته: ضخیم، بادوام و مقابل حرارت بادوام هستند و برای شمارش الیاف آزبست مورد استفاده قرار می‌گیرند.

آماده‌سازی نمونه‌های گرفته شده از هوای محیط کار جهت تجزیه

آماده‌سازی اساسی‌ترین مرحله تجزیه‌ی نمونه‌های هواست.

۱ـ روش انحلال:

دی‌سولفید کربن: در استخراج آلاینده‌هایی که با زغال فعال نمونه‌برداری می‌شوند و همچنین با دستگاه GC مجهز به آشکارساز شعله‌ای یونی (FID) می‌باشد استفاده می‌شوند.

متانول: از متانول و یا محلول آن با آب جهت استخراج از سیلیکاژل، بطور عمده و موردی از جاذب‌های سطحی دیگر استفاده می‌شود. متانول قطبی‌تر بوده و ترکیبات قطبی را در خود حل می‌کند. به عنوان مثال دی‌متیل فرم آمید، ترکیبات نیتروبنزن ـ دی متیل استامید، آمین‌های اتانول و آمین‌های آروماتیک را می‌توان نام برد.

تولوئن: استخراج از XAD_2 آغشته به ۲ـ هیدروکسی متیل بایپردین.

به عنوان مثال به مدت ۱ ساعت در حمام التراسونیک نمونه‌هایی مانند استالدهید، آکرولئین فرم آلدهید، فورفورال، والر آلدهید و فسژن را استخراج می‌کنند.

استن: ترکیبی فرار جهت استخراج از جاذب سطحی پلیمری شامل فورفوریل، الکل متیل سیکلوهگزان، ان‌بوتیل‌مرکاپتان و اکتان تیول.

استات اتیل: جهت استخراج از جاذب سطحی پلیمری شامل نیتروپروپان، استوسیانوهیدرین، نیترومتان، نیکوتین، نیترواتان، نفتالین.

اسید هیدروکلریک: حلال آبی برای اکسیدهای فلزی، ۱۲ مولار که در اثر حرارت هیدروژن کلرید تصاعد می‌کند. جهت آماده‌سازی Cd در فیلتر به دام انداخته شده مورد استفاده قرار می‌گیرد..

اسید نیتریک: فیلتر استر سلولزی را در خود حل می‌کند و همه‌ی فلزات معمولی به جز کروم را در خود حل می‌کند.

مخلوط‌های اکسنده: افزایش برم یا هیدروژن پراکسید به اسید معدنی اثر حلالیت آن را تشدید می‌کند.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

التراسونیک:

۱ـ استخراج آلاینده‌های گروه آمین‌های آروماتیک و آلیفاتیک، ترکیبات نیتروبنزن از سیلیکاژل

۲ـ استخراج آلاینده‌هایی مانند اکتان تیول، پنتاکلرواتان، کروزول و فنول از جاذب سطحی پلیمری

۳ـ استخراج آلاینده‌هایی مانند پلی‌کلرو بنزن‌ها از فیلتر

۴ـ استخراج آلاینده‌هایی مانند موادی که با جاذب سطحی (XAD_2) و ۲ هیدروکسی متیل بایپردین جمع‌آوری می‌شوند.

خاکسترسازی:

۱ـ اکسیداسیون خشک: نمونه در اکسیژن و یا در هوا با درجه حرارت $۵۰۰-۶۰۰^{\circ}C$ در بوته سوزانده می‌شوند.

۲ـ اکسیداسیون مرطوب: اکسیداسیون از طریق مواد اکسنده برای انحلال مانند اسید معدنی قوی (اسیدسولفوریک، اسید نیتریک، اسید سیتریک و پرکلریک اسید بعلاوه یک کاتالیزو مانند سولفات مس.

۲ـ روش حرارتی:

در روش حرارتی از دستگاهی به نام (Thermal desorption) استفاده می‌شود. دستگاه به یک منبع گاز بی‌اثر وصل شده و با یک رابطه انتقال‌دهنده آلاینده جمع‌آوری شده را به دستگاه GC انتقال می‌دهد. اگر نمونه از یک جاذب سطحی بزرگ به GC منتقل شود پیک‌ها پهن می‌شود که در این صورت باید از یک جاذب سطحی بزرگ با جاذب سطحی کوچک‌تر منتقل شود.

روش‌های تجزیه مواد فرار در هوا بر اساس توصیه EPA با استفاده از دستگاه بازیافت حرارتی صورت می‌گیرند.

دستگاه (T.D) قابلیت تنظیم درجه حرارت را دارد که مدت زمان آن نیز تنظیم می‌شود همچنین در بخش حرارت‌دهنده دو فلومتر وجود دارد که دبی گاز بی‌اثر را کنترل می‌کنند.

مزیت‌های بازیافت حرارتی نسبت به بازیافت شیمیایی:

۱ـ در بازیافت شیمیایی حلال‌های آلی باعث رقیق شدن نمونه می‌گردند که در نتیجه‌ی آن حساسیت در عمل تجزیه را کاهش داده و ترکیباتی که غلظت آنها در محیط بسیار پایین است با دستگاه GC قابل شناسایی نخواهند بود.

۲ـ عدم ثبات نمونه بازیافت شده در طی نگه‌داری

عیب دستگاه بازیافت حرارتی (T.D) در این است که قابلیت تجزیه مجدد نمونه در آن وجود ندارد.

سایر استفاده‌های دستگاه T.D:

۱ـ انتقال نمونه به GC

۲ـ تمیز کردن جاذب‌های سطحی

۳ـ انتقال نمونه از یک جاذب سطحی به جاذب سطحی دیگر

۴ـ پر کردن ستون‌های گاز کروماتوگرافی

۵ـ انتقال یک آلاینده به شکل مایع یا گاز به یک جاذب سطحی

مشخصات جاذب سطحی مورد استفاده در بازیافت حرارتی:

۱ـ تحمل درجه حرارت‌های بالا را داشته باشد یعنی در مقابل درجه حرارت بالا واکنش ندهد.

۲ـ باید جاذب سطحی از نظر شیمیایی بی‌اثر باشد.

۳ـ عدم قابلیت جذب رطوبت و دی‌اکسیدکربن زیرا رطوبت به جای ماده آلاینده روی جاذب می‌نشیند. و ترک آلاینده صورت می‌گیرد. همچنین رطوبت سبب مسدود شدن خلل و فرج‌های جاذب می‌گردد.

۴ـ در مقابل درجه حرارت محیط نیز استقامت داشته باشد. یعنی در اثر دمای محیط سریع به افزایش بار نرسد.

۵ـ باید جاذب سطحی به گونه‌ای باشد که آلاینده‌های جمع‌آوری شده روی آن به راحتی جدا شوند.

۶ـ گرانول‌های داخل جاذب سطحی بایستی شکلی یکنواخت داشته باشند.

۷ـ جاذب‌ها قابلیت به دام اندازی ذرات را نداشته باشند.

۸ـ جاذب سطحی در جمع‌آوری تعداد زیادی از آلاینده‌ها قابلیت بالا داشته باشد.

به طور کلی جاذب‌های سطحی مورد استفاده در دستگاه بازیافت حرارتی جاذب‌های پلیمری و یا ترکیبات کربن‌دار هستند زیرا قدرت تحمل افزایش دما را دارند.

کربوترب یک جاذبد سطحی است که فقط در بازیافتن حرارتی استفاده می‌شود. که این قابلیت را دارد که با دستگاه (T.D) می‌توان آن را تمیز کرد و دوباره مورد استفاده قرار داد.

جاذب‌هایی که در بازیافت حرارتی کاربرد دارند: کربوترب، تناکس، کروموزوب و پروپاک.

گاز کروماتوگرافی

کروماتوگرافی گازی یکی از روش‌های کروماتوگرافی است، که برای بررسی و جداسازی مواد فرار بدون تجزیه شدن آنها به کار می‌رود. در کروماتوگرافی گازی، فاز گازی یک گاز بی‌اثر است. به عنوان مثال (هیلیوم، نیتروژن، آرگون و دی‌اکسیدکربن) می‌باشند که به فاز متحرک گاز حامل هم می‌گویند. فاز ساکن یک جسم جامد و یا لایه‌ی نازکی از یک مایع غیرفرار است که به دیواره داخلی ستون یا به صورت پوششی روی سطح گلوله‌های شیشه‌ای یا فلزی قرار گرفته است. در صورتی که فاز ساکن جسم جامد جاذب باشد اصطلاحاً کروماتوگرافی گازی می‌گویند.

و اگر فاز ساکن مایع غیرفرار باشد آن را کروماتوگرافی گاز مایع می‌گویند. اما هر دو به کروماتوگرافی گازی معروف هستند. در کروماتوگرافی گازی جداسازی اجزای یک مخلوط متناسب با میزان توزیع اجزا تشکیل‌دهنده مخلوط بین فاز متحرک گازی و فاز ساکن جامد یا مایع صورت می‌گیرد. در این روش گاز حامل مخلوط را درون ستون حرکت می‌دهد و بین دو فاز در حالت تعادل (گاز ـ مایع) اجزا تشکیل‌دهنده مخلوط توزیع می‌شوند. بنابراین فاز متحرک اجزا تشکیل‌دهنده نمونه را به طرف بیرون ستون حرکت می‌دهد. کروماتوگرافی گازی برای جداسازی و شناسایی اجزا تشکیل‌دهنده یک مخلوط و تجزیه‌ی کمی آنها نیز کاربرد دارند.

اجزاء تشکیل‌دهنده دستگاه کروماتوگرافی گازی

منبع گازی، حامل، سیستم تنظیم‌کننده مقدار گاز، محل تزریق نمونه، ستون کروماتوگرافی، کوره و سیستم تنظیم درجه حرارت محل تزریق، آشکارساز و سیستم شناساگر.

۱ـ منبع گاز حامل: کپسول حاوی گاز که غالباً نیتروژن با خلوص ۹۹ درصد و گازهای دیگر مانند هیلیوم، آرگون و دی‌اکسید کربن.

خصوصیات گاز حامل: بی‌اثر، خالص، همیشه در دسترس، مقرون به صرفه و مناسب جهت آشکارساز.

۲ـ محل تزریق: قسمتی از دستگاه که نمونه تزریق شده به وسیله شیرهای نمونه‌گیری گازی تزریق می‌شود و یا اینکه نمونه بوسیله‌ی injector با فشار زیاد گاز حامل به ستون می‌رسد. تزریق به وسیله‌ی سرنگ‌های ۱۰ µl-۱ µl در دمای بالا و سریع انجام می‌شود.

۳ـ ستون و کوره: ستون داخل کوره قرار دارد و در واقع به منزله قلب دستگاه کروماتوگرافی گازی محسوب می‌شود. ستون‌ها ۲ نوع هستند.

الف) ستون پر شده Packed column: جنس شیشه یا فلز به طول ۳cm-۲ و قطر داخلی ۴mm-۲ و حلقه‌ی ۱۵cm

ب) ستون موئین Capillary column: قطر داخلی ۰/۰۳in-۰/۰۱ و طول آنها بین ۶۰m-۱۵ کارایی بسیار زیاد و ظرفیت کم با درجه تفکیک بالا

۴ـ برنامه‌ریزی درجه حرارت: دمای اولیه کمتری به کار گرفته و پیک‌ها به خوبی تفکیک می‌شوند. کار با GC هم دمایی محدود به تجزیه نمونه‌هایی می‌شود که اجزای آن دارای نقاط جوش نزدیک به هم باشند. تجزیه ترکیبات با توجه به درجه حرارت ستون دو حالت دارد:

۱ـ ایزوترمال: دمای ستون ثابت است.

۲ـ برنامه‌ریزی دمایی: ابتدا ترکیبات با نقطه جوش پائین خارج سپس با افزایش حرارت ترکیبات خارج می‌شوند.

در قسمت ستون فاز ساکن قرار گرفته که دو نوع است: (مایع یا جامد).

فاز ساکن جامد: کروماتوگرافی گاز جامد (G.S.C)

فاز ساکن مایع: کروماتوگرافی گاز مایع (G.L.C)

خصوصیات فاز ساکن مایع:

۱ـ در مقابل درجه حرارت بالا بایستی استقامت داشته باشد.

۲ـ داشتن ضرایب توزیع گوناگون نسبت به اجرا نمونه.

۳ـ فراریت ماده کم باشد و یا اصلاً فرار نباشد.

۴ـ از نظر شیمیایی نسبت به اجزا نمونه و مواد داخل ستون بی‌اثر باشد.

۵ـ حلال خوبی جهت حل نمودن اجزا نمونه باشد.

۶ـ همچنین مقدار آن باید به قدری باشد که ذرات را بالایه یکنواخت و نازکی بپوشاند.

خصوصیات فاز ساکن جامد:

۱ـ مقاوم به حرارت باشد.

۲ـ بی‌اثر باشد.

۳ـ فرار باشد.

چنانچه ستون انباشته شده باشد، مواد نگه‌دارنده بایستی خواص منحصر به فردی داشته باشند.

۱ـ مقاوم به درجه حرارت

۲ـ داشتن سطح تماس بالا

۳ـ در مقابل فاز متحرک و نمونه تزریق شده بی‌اثر باشد.

۴ـ شکل منظم و اندازه یکنواخت داشته باشند.

۵ـ آشکارسازها: وسیله‌ای که مقدار اجزای جدا شده را در گاز حامل نشان داده و اندازه‌گیری می‌کند.

آشکارسازهای متداول

۱ـ یونش شعله‌ای Flame Ionization Detector (FID)

۲ـ هدایت حرارتی Thermal Conductivity Detector (TCD)

۳ـ نورسنج شعله‌ای Flame Photometry Detector (FPD)

۴ـ الکترون گیر Electron Capture Detector (ECD)

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

۱ـ یونش شعله‌ای: این نوع آشکارساز دارای شعله است. علاوه بر سیلندر گاز حامل، دارای سیلندرهای گاز سوختنی هم هستند. آلاینده همین عبور از شعله یونیزه می‌شود که بعد از عبور از میان دو الکترود جریان الکتریکی به وجود می‌آید. هدایت الکتریکی هر گاز مستقیماً متناسب با غلظت ذرات باردار آن است. عمل آن بستگی به انتخاب صحیح دبی جریان گاز دارد دبی گاز حامل ۳۰ml/min- دبی هیدروژن ۳۰ml/min و جریان هوا ۳۰۰ ml/min، SO_2 CS_2 و NO_2 قابلیت یونیزه شدن ندارند.

۲ـ هدایت حرارتی: براساس سرعت از دست دادن دمای یک جسم داغ که بستگی به گازهای اطراف آن دارد استوار است.

۳ـ نورسنج شعله‌ای: ترکیبات هنگام سوزاندن نور ویژه‌ای با طول موج خاصی پراکنده می‌کنند. در جذب و نشر اتمی، اتم همان نوری را که جذب می‌کند همان نور را منتشر می‌کند. نورسنج شعله‌ای در واقع مانند یک اسپکتروفتومتر کوچک می‌باشد.

به عنوان مثال فسفر در هیدروژن بسوزد نور با طول موج ۵۲۶nm و ۳۹۴nm که مخصوص گوگرد و هیدروژن هستند. اگر هر ترکیبی گوگرد یا فسفر نداشته باشد این طول موج را جذب نمی‌کند. جریان نوری به وسیله‌ی محلول‌های فتومولتی‌پلایر به جریان الکتریکی تبدیل می‌شوند.

تجزیه‌ی کمی: تا حدودی می‌توان مواد موجود در نمونه‌ها را حین آنالیز با GC تشخیص داد. به عنوان مثال در هوای محیطی می‌خواهیم بنزن را نمونه‌برداری کنیم در حالی‌که همراه با بنزن، تولوئن گزیلن و غیره وجود دارد. هنگام آنالیز دستگاه چند پیک می‌دهد. جهت مشخص کردن پیک بنزن باید از غلظت استاندارد بنزن استفاده کرد که دستگاه یک پیک مشخص به ما می‌دهد. کروماتوگرام استاندارد دارای Retention time است که برای شناسایی مواد مختلف استفاده می‌شود.

بنابراین اگر ماده مجهولی داشته باشیم با CG قابل تشخیص کیفی نیست.

Retention time یا زمان ماند عبارت است از: فاصله زمانی بین تزریق تا ماکزیمم پیک موردنظر که وابسته به دبی گاز، نوع ستون، دما و طول ستون است.

دبی افزایش یابد مقدار R.T کم می‌شود.

دمای ستون زیاد شود مقدار R.T کم می‌شود.

طول ستون بیشتر شود مقدار R.T زیاد می‌شود.

با استفاده از زمان ماند که از خصوصیات ویژه نمونه و فاز مایع است، می‌توان اجزای ترکیبات شیمیایی نمونه را تشخیص داد.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

تجزیه‌ی کمی:

جهت تشخیص کمی ۲ روش وجود دارد:

۱ـ روش ساده

۲ـ استاندارد داخلی

۱ـ روش ساده: به عنوان مثال محلول های استاندارد ۲,۴,۶,۸,۱۰ میکروگرم در میلی‌لیتر تهیه کرده و به دستگاه می‌دهیم پیک‌های متفاوت با سطح مختلف می‌دهد.

نمونه مجهول را به دستگاه داده و دستگاه یک پیک مشخص به ما می‌دهد. که با استفاده از نمودار غلظت مجهول را به دست می‌آوریم.

۲ـ روش استاندارد داخلی یا روش نسبت غلظت به نسبت مساحت‌ها:

به همه‌ی غلظت‌های یک ماده غلظت ثابتی از ماده‌ی مشخصی اضافه می‌کنیم. نسبت پیک ماده‌ی اضافه شده به ماده‌ی موردنظر را مدنظر گرفته و منحنی استاندارد را رسم می‌کنیم، قابل توجه اینکه به مجهول نیز همان مقدار ثابت ماده مشخص را اضافه می‌کنیم.

		ماده اضافه شده		ماده موردنظر
هگزان	µg / ml	+ ۲	µg / ml	۲
		+ ۲		۴
		+ ۲		۸
		+ ۲		۱۰

اهمیت حد تشخیص: در آلودگی‌های هوا، آب و بیولوژیکی اهمیت بسزایی دارد. با حد تشخیص تجزیه می‌توان حد حساسیت موردنظر را به دست آورد.

به عنوان مثال کلیرفرم آب در حد نانوگرم در میلی‌لیتر است برای اندازه‌گیری کلیفرم در GC با آشکار ساز FID انجام می‌شود.

قابلیت تجزیه مجدد: جهت تعیین قابلیت تجزیه تعداد معینی نمونه در شرایط یکسان و با یک غلظت مشخص تهیه می‌گردد. (این عمل می‌تواند به وسیله‌ی تست دینامیکی یا استاتیکی انجام گیرد.)

قابلیت اعتماد: نمونه‌ها به آزمایشگاه دیگری داده تا تجزیه چند نمونه نیز آنجا انجام شود. در صورتی‌که بین داده‌ها با غلظت موجود در نمونه‌گیر تفاوت معنی‌داری وجود نداشته باشد نشان‌دهنده‌ی قابلیت اعتماد است.

قابل توجه اینکه، بین غلظت داده شده و مساحت پیک‌ها ضریب همبستگی بالا وجود داشته باشد. در روش‌های تجزیه همیشه بایستی تلاش شود که درصد خطاها کاهش داده شوند و عواملی وجود دارند که باعث به وجود آوردن خطا می‌شود.

۱ـ اشکال در نمونه‌گیری

۲ـ حمل و نگهداری

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

جهت حذف خطاها از نمونه‌ی شاهد استفاده می‌شود.

۱ـ شاهد نمونه‌گیر: نمونه‌ای مانند نمونه اصلی تهیه می‌شود و به محل کار منتقل می‌شود اما نمونه‌برداری صورت نمی‌گیرد از هر گونه آلودگی ناخواسته حین حمل و نمونه‌برداری اجتناب شود.

۲ـ شاهد آزمایشگاهی: در آزمایشگاه ممکن است عوامل ناخواسته‌ای مقادیر نمونه را تغییر دهند. که در این صورت از شاهد آزمایشگاهی یا آماده‌سازی استفاده می‌شود.

۳ـ شاهد کور: نمونه‌ای است که در واقع آزمایشگر از نوع آلاینده اطلاعی ندارد وجود این نمونه مانع از این می‌شود که به کم یا زیاد بودن نمونه گرفته شده توجه داشته باشد. این نمونه واقعیت‌ها را در مورد نمونه و تجزیه آن نشان می‌دهد.

تعیین بازیافت نمونه: جهت تعیین میزان بازیافت نمونه مقادیر مشخص‌شده‌ای از آلاینده را به وسیله‌ی سرنگ‌های مناسب میکرولیتری به داخل لوله‌ی حاوی جاذب سطحی تزریق می‌کنیم. مدت زمان یعنی جاذب را واگذاشته تا آلاینده کاملاً جذب کرد. سپس نمونه را آماده‌سازی و بعد تجزیه می‌کنیم در پایان با استفاده از فرمول زیر مقدار بازیافت نمونه را محاسبه می‌کنیم:

$x \leftarrow$ مقدار استخراج شده $\quad y \leftarrow$ مقدار آلاینده تزریق شده $\quad R = \frac{x}{y} \times 100$

Hplc: کروماتوگرافی مایع با فشار زیاد (High Efficiency Liquid Chromatography)

Hplc از دو فاز ثابت و متحرک تشکیل شده است که فاز ثابت ممکن است جامد یا مایع باشد و فاز متحرک مایع است. یک قاعده کلی این است که باید قطبیت حل‌شونده و فاز متحرک، نزدیک به هم باشند، ولی با فاز ساکن اختلاف داشته باشد. ترتیب قطبیت گروه‌های عاملی در ترکیبات به صورت زیر است.

هیدروکربن < اترها < استرها < کتون‌ها < آلدئیدها < آمیدها < آمین‌ها < الکل‌ها

به عنوان مثال فاز ساکن، با قطبیت بالا مثل سیلیکات یا آلومین و یا مایعاتی قطبی مثل تری اتیلین گلیکول که روی ذرات سیلیکات قرار گرفته‌اند و فاز متحرک، حلال نسبتاً غیرقطبی مانند هگزان یا ایزوپروپیل اتر را می‌توان نام برد.

خصوصیات فاز متحرک (Hplc)

۱ـ خلوص بالا

۲ـ گرانروی پائین

۳ـ واکنش‌پذیری کم

۴ـ نقطه جوش حدود ۲۰ تا ۵۰ درجه سانتیگراد بالاتر از دمای ستون

۵ـ سمیت و اشتعال‌پذیری کم

۶ـ قابلیت تطابق با آشکارساز

مزایای Hplc

کاربرد Hplc برای مواد غیرفرار به قرار زیر است:

از ستون‌های طولانی که سرعت حلال در تمام طول آنها نزدیک به مطلوب‌ترین باشد می‌توان استفاده کرد و امکان تغییر ماهیت فاز متحرک برای انجام شستشوی تدریجی و شستشوی مرحله‌ای و یا هر دو وجود داشته باشد.

آشکارسازها: آشکارسازهای مورد استفاده در کروماتوگرافی مایع ـ مایع تمام خصوصیات آشکارسازهای کروماتوگرافی گازی را دارند. به جز اینکه در آشکارساز کروماتوگرافی مایع نیازی به محدوده دمایی بالا نیست این شناساگرها کلاً دو دسته هستند.

۱ـ یک نوع کلی که به فاز متحرک عکس العمل نشان می‌دهند.

۲ـ یک نوع خاص که به حل شونده حساس هستند.

اجزاء و قسمت‌های مختلف دستگاه HPLC

۱ـ مخازن حلال: در این مخازن فاز متحرک و یا حلال‌های شست‌وشو دهنده ستون ریخته می‌شوند.

۲ـ موتور یا پمپ: چون ستون‌ها نسبتاً طویل و اندازه ذرات کم است. به همین جهت قابلیت نفوذ کم می‌شود و برای اینکه حلال جریان داشته باشد باید فشار وجود داشته باشد. به همین علت از پمپ یا موتور برای ایجاد فشار استفاده می‌کنیم. حداکثر فلویی که فاز متحرک می‌تواند داشته باشد. ۲/۵ میلی‌لیتر در دقیقه است. و بسته به نوع کاری که می‌خواهیم انجام دهیم فلو تفاوت دارد.

هر چه فلو کمتر باشد فاصله پیک‌ها بیشتر می‌شود. پمپ باید مایع را با سرعت ثابت و بدون ضربه وارد ستون کند (دبی $0/5-500\frac{ml}{min}$).

سه نوع پمپ مورد استفاده در HPLC:

۱ـ دو جانبه

۲ـ جابه‌جایی

۳ـ فشاری

۳ـ Injector: از سرنگ‌های مختلف با ظرفیت‌های مختلف استفاده می‌شود. حجم تزریق ۳۰ میکرولیتر است.

۴ـ ستون: طول ستون‌های دستگاه حدود ۱۰-۳۰cm است. و جنس آن از فولاد زنگ نزن است. ستون‌ها را پس از اتمام کار حتماً بایستی با محلول‌های شستشودهنده شست. فاز متحرک و ماده پرکننده ستون از نظر قطبیت باید عکس هم باشند. در HPLC امکان استفاده از فاز نرمال و معکوس وجود دارد. اگر فاز ثابت قطبی و فاز متحرک

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

غیرقطبی باشد سیستم را فاز نرمال و در صورتی که ستون غیرقطبی و حلال قطبی باشد سیستم را فاز معکوس می‌گویند. جنس ستون‌ها از فولاد ضدزنگ است.

عواملی که سبب جداسازی در ستون می‌شود:

۱ـ مقدار حلالیت

۲ـ خاصیت جذب سطحی

۳ـ فراریت

۴ـ قطبیت

که در این میان حلالیت و قطبیت مهم‌ترین هستند و پلاریته حلال نقش تعیین‌کننده‌ای دارد.

قطبیت مواد مختلف:

الکل > **آمین** > **آمید** > **آلدئید** > **کتون** > **استر** > **اتر** > **هیدروکربن‌های خطی**

گاهی نمونه‌برداری از محیط شامل ترکیبات هم قطبی و هم غیرقطبی است. که برای جداسازی آنها ستون از نوع حالت بینابینی است، اما فاز متحرک را دو نوع در نظر می‌گیریم یعنی ۲ فاز متحرک داریم:

برنامه‌ریزی با حلال: به تغییر مداوم ترکیب شیمیایی فاز متحرک گفته می‌شود. که باعث تغییر در ضریب تقسیم اجزا و نمونه‌برداری شده و در نتیجه بهبود جداسازی می‌شود.

گاهاً سعی می‌شود ضریب حلالیت را در طول زمان تغییر دهند که در این صورت نیز فازهای متحرک با ضریب حلالیت‌های متفاوت استفاده می‌کنند که در طول زمان این نسبت‌ها تغییر می‌یابند.

دستگاه یون کروماتوگرافی: گاهی ستون از نوعی است که تبادل یون انجام می‌دهد. یعنی موقع حرکت فاز متحرک با ستون تبادل یونی صورت می‌گیرد. ستون‌ها دو دسته هستند آنیونی و کاتیونی. ستون آنیون یون مثبت را جذب می‌کند. ستون کاتیون یون منفی را جذب می‌کند. بین غلظت ذرات یونی با هدایت الکتریکی رابطه‌ی مستقیم وجود دارد. این نوع کروماتوگرافی جهت جداسازی ترکیباتی استفاده می‌شود که به یون تبدیل می‌شوند به عنوان مثال اسیدها و بازها، ترکیبات هالوژنه، فرمالدهید و طیف وسیعی از آنیون‌ها و کاتیون‌ها.

آشکارساز: متداول‌ترین آنها در HPLC: ضریب شکست، uv، مرئی، فلوئورسانس الکتروشیمیایی و اسپکتروسکوپی. عمده‌ترین آشکارساز استفاده شده در بهداشت حرفه‌ای uv و هدایت الکتریکی (ECD) که برای بیشتر ترکیبات شیمیایی از آشکارساز uv استفاده می‌کنند و به عنوان مثال برای دی‌متیل آمین از آشکارساز فلونورسانس استفاده می‌شود.

طیف‌سنجی اتمی: اتمی شدن فرآیندی که در آن اجزای یک محلول با یک پلاسما به یون و اتم‌های گازی تبدیل می‌شود.

جذب اتمی: طیف‌سنجی جذب اتمی **(AAS)** یک روش اسپکتروسکوپی برای اندازه‌گیری کمی عناصر شیمیایی با استفاده از جذب اشعه نوری (نور) توسط اتم در حالت گازی است. در شیمی تجزیه این تکنیک برای تعیین غلظت یک عنصر خاص در این نمونه مورد استفاده قرار می‌گیرد. **(AAS)** جهت تعیین کمی بیش از ۷۰ مورد از عناصر مختلف مورد استفاده قرار می‌گیرد.

اساس روش: اساس این تکنیک استفاده از دستگاه جذب برای ارزیابی غلظت آنالیت در نمونه است. لذا نیازمند رابطه‌ای بین میزان نور جذب شده توسط نمونه و غلظت نمونه هستیم که همان قانون بیرلامبرت است.

$$A = \log(\frac{I_\circ}{I}) = alc$$

A: مقدار جاذب ماده

a: ضریب خاموشی

C: غلظت ماده

$I_\circ$: شدت نور اولیه

I: شدت نور عبوری

l: ضخامت سلول

آشنایی با دستگاه

۱ـ منبع تابش: لامپ‌های کاتدی توخالی و لامپ‌های تخلیه بدون الکترود به طور عمده برای تأمین تابش اولیه در طیف سنجی جذب اتمی به کار می‌روند. از مهم‌ترین خصیوصیات منبع تابش توانایی تولید باریکه‌ای از تابش با توان کافی و پایدار است. منابع در این روش باید مثل هالوکاتد لامپ‌ها باشند.

۲- اتم‌ساز: هدف از اتم‌سازی نمونه، تولید اتم‌های آزاد است، اتم‌های آزاد اتم‌هایی هستند که با اتم‌های دیگر ترکیب نمی‌شوند. برای ایجاد اتم‌های آزاد ضروری است که مولکول‌ها شکسته شوند. این فرآیند را اتم‌سازی می‌گویند. بهترین روش برای اتمی کردن مولکول‌ها تفکیک به وسیله‌ی گرماست.

۱ـ۲ـ روش شعله‌ای: تمام یا قسمتی از محلول یک نمونه به صورت مه رقیقی به داخل شعله‌ای که در مسیر تابش از منبع قرار دارد افشانده می‌شود. سوخت‌های به کار رفته برای تولید شعله عبارتند از، گاز طبیعی، پروپان بوتان، هیدروژن و استیلن که پرمصرف‌ترین آنها استیلن می‌باشد.

۲ـ۲ـ روش غیرشعله‌ای: این روش با استفاده از یک کوره گرافیتی است که حساسیتی حدود ۱۰ الی ۱۰۰ برابر روش اتم‌سازی با شعله دارد. لوله تا $۳۰۰۰^\circ C$ گرم شده تا ترکیبات اتمی شوند. در این حین گاز نیتروژن و گاز بی‌اثر مانند آرگون از میان لوله گرافیتی جریان پیدا می‌کنند تا لوله را از هوا تخلیه کنند و از اکسایش جلوگیری شود.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

۳ـ۲ـ روش‌های شیمیایی: در تجزیه‌ی آرسنیک، سلنیوم، جیوه و بعضی عناصر دیگر، اغلب روش‌های اتم‌سازی مختلفی که حساسیت بیشتری از روش‌های اتم‌سازی شعله‌ای یا بدون شعله دارند به کار برده می‌شوند. در این روش‌ها، بعضی از واکنش‌های شیمیایی را برای اتم‌سازی به کار می‌برند به‌طوری که نمونه در حالت مولکولی ساده بتواند تبخیر گردد. در مورد جیوه که در یک محلول به صورت یون‌های مثبت وجود دارد وقتی یون‌ها در حالت طبیعی کاهیده می‌شوند به صورت اتم‌های آزاد تحت شرایط دمای طبیعی تبخیر خواهند شد و روی هات پلیت‌ها به دام انداخته می‌شوند. در مورد آرسنیک یون‌های آرسنیک، یا پتاسیم یدید و استانوکلرید به یون‌های سه ظرفیتی کاهیده می‌شوند. سپس پودر روی به یون‌های در حالت اسیدی اضافه می‌گردد. اسید و روی واکنش داده و هیدروژن آزاد می‌گردد. آرسنیک با هیدروژن ترکیب و ASH تولید می‌شود که کاملاً فرار است. و بلافاصله تبخیر می‌گردد. این گاز به داخل شعله آرگون هیدروژن فرستاده و به سادگی شکسته شده و اتم‌ها آرسنیک به صورت آزاد تولید می‌گردند.

۳ـ مونوکروماتور: این قسمت از دستگاه پرتو چندفام را به پرتو تک‌فام تبدیل می‌کند. در واقع دستگاه باید قادر به ایجاد پهنای نوار باریک باشد تا خط انتخاب شده برای اندازه‌گیری را از خطوط طیفی دیگری که ممکن است مزاحمت ایجاد کند یا حساسیت را کاهش دهد جدا سازد.

۴ـ دتکتور: آشکارسازها دستگاه‌هایی هستند که یک نوع انرژی را به انرژی دیگر تبدیل می‌کنند و معمولاً به سه گروه اصلی تقسیم می‌شوند: ۱ـ فوتوالکتریک ۲ـ فتو شیمیایی ۳ـ حرارتی. رایج‌ترین آنها دستگاه فوتوتکثیر کننده است که انرژی تابشی را با بهره‌گیری از پدیده فوتوالکتریک به علامت الکتریکی تبدیل می‌کند و توانایی آشکارسازی نور مرئی، ماوراءالبنفش و فرکانس‌های نزدیک به مادون قرمز را دارد.

۵ـ ثبات (یا دستگاه نمایش خروجی): این قسمت می‌تواند یک گالوانومتر، صفحه ثبات، اسیلسکوپ یا صفحه نمایش کامپیوتر با نرم‌افزارهای متنوع باشد.

تکنیک‌های نشر شعله‌ای

انواع تکنیک‌ها بر مبنای نوع منبع تحریک‌کننده:

- Flame photometry
- Atomic fluorescence
- Arc and spark
- Plasma emission

نشر: آزاد کردن یک فوتون توسط یک اتم، یون یا مولکول و انتقال به تراز انرژی پایین‌تر است. در نواحی مرئی و uv نشر می‌کنند این تابش نشر شده را می‌توان اندازه‌گیری کرد و در تجزیه کمی یا کیفی به کار برد که این عمل

طیف سنجی نشر اتمی نام دارد.

دستگاه نشر اتمی مزیتی دارد که بسیاری از فلزات را در مقادیر خیلی کم می‌توان اندازه‌گیری کرد. برای فلزات و بعضی از غیرفلزات مثل دیبرون، پلیمرهای سوپر جاذب و فسفین هم مورد استفاده واقع می‌گردد. دستگاه نشر اتمی متفاوت از جذب اتمی است، جذب اتمی منبع نشر دارد که در نشر اتمی این لامپ‌ها را نداریم در دستگاه نشر اتمی فوتون‌ها مورد اندازه‌گیری قرار می‌گیرند.

دو مشخصه‌ی طیف‌بینی نشری:

۱)الگوی طول موج تولید شده توسط هر عنصر منحصر به فرد است.

۲) حساسیت دستگاه که ناشی از راندمان فرآیند تحریک و راندمان آشکارسازی وسایل موجود است.

Flame photometry (طیف سنجی نشر اتمی با شعله): از سه قسمت زیر تشکیل شده است:

۱ـ سیستم نشری: شامل گازهای سوختی، اتم‌ساز، شعله

۲ـ سیستم نوری: شامل تکفام‌ساز، عدسی، دیافراگم، شکاف

۳ـ سیستم ثبات: آشکارساز، قسمت الکترونیکی (تقویت‌کننده و ثبات)

در شعله سوخت همراه با هوا یا اکسیژن می‌سوزد.

سوخت با هوا ← درجه حرارت کمتری تولید می‌کند.

سوخت با O_2 ← درجه حرارت بیشتری تولید می‌کند.

در نشر اتمی درجه حرارت بسیار بالاتری نسبت به جذب اتمی لازم داریم.

تخلیه‌ی الکتریکی: تخلیه‌ی الکتریکی ناگهانی بین دو الکترود حرارت زیادی ایجاد می‌کند. اگر دو الکترود که یک طرف آن به منبع انرژی وصل شده به صورت آنی عمل تخلیه صورت گیرد دمای بسیار زیادی ایجاد می‌شود. عمل تخلیه‌ی الکتریکی باعث اتمی شدن نمونه می‌شود از این روش برای برانگیخته شدن استفاده می‌شود. برای اکثر فلزات و شبه فلزات حدود ۵۰ عنصر به کار می‌رود.

جرقه الکتریکی: جرقه الکتریکی هم نوعی تخلیه‌ی الکتریکی است که به دو صورت است:

۱ـ جریان متناوب: از یک پتانسیل متناوب ۱۰-۵۰kw و فرکانس ۱۲۰kHz با شدت جریان ۵- ۱ آمپر تشکیل شده است.

۲ـ جریان مستقیم: پتانسیل بین ۲۰۰-۵۰ ولت بین دو الکترود از جنس فلز و یا گرافیت اعمال می‌شود. شدت جریان حدود ۳۰-۱ آمپر است.

دما بسیار بالا رفته و به $8000\,k^{\circ}$ -۴۰۰۰ می‌رسد که برای برانگیخته شدن عناصر از این دما استفاده می‌شود.

پلاسما: مخلوط گازی است که اجزاء آن یونیزه شده و قابلیت هدایت الکتریکی دارد. این حالت در طبیعت وجود ندارد و با استفاده از الکتریسیته ایجاد می‌شود. عمدتاً از گاز آرگون استفاده می‌شود و دمایی به اندازه $10000\,k^{\circ}$

ایجاد می‌کند. این دما باعث برانگیخته شدن عناصر و نشر اتمی می‌گردد. برای نمونه‌های مایع و گاز روش پلاسما ترجیح داده می‌شود. با استفاده از این روش می‌توان تا حد نانوگرم ماده را هم اندازه‌گیری کرد. روش پلاسما حساسیت عالی و دقت بسیار زیاد دارد.

انواع تخلیه‌های الکتریکی جهت به دست آوردن پلاسما:

۱ـ **ICP (پلاسمای القایی جفت شده):** از جریان متناوب با فرکانس بالا برای ایجاد پلاسما در اتمسفر آرگون استفاده می‌شود.

۲ـ **DCP (پلاسمای قوس جریان مستقیم):** از جریان مستقیم برای ایجاد پلاسما در اتمسفر گاز آرگون استفاده می‌شود.

۳ـ **MIP (پلاسمای القا شده توسط ریز موج):** از جریان متناوب با فرکانس فوق‌العاده برای ایجاد پلاسما در اتمسفر هیلیوم استفاده می‌شود.

موارد استفاده‌ی نشر اتمی:

۱ـ تجزیه‌ی ترکیبات فلزی در هوا

۲ـ نمونه‌برداری و تجزیه‌ی دیبرون

۳ـ کروتون آلدهید

۴ـ فلزات در ادرار

۵ـ فسفین در هوا

۶ـ تجزیه‌ی پلیمرهای جاذب

اسپکتروفتومتری: روش اسپکتروفتومتری یکی از روش‌های طیف‌سنجی است که در آن از طول موج‌های ماوراءالبنفش (uv) و مرئی طیف الکترومغناطیس برای بررسی کیفی و اندازه‌گیری کمی مولکول‌ها و ترکیبات در آزمایشگاه استفاده می‌شود.

اجزاء دستگاه:

۱ـ **منبع نور:** که کلیه‌ی طول موج‌های نور مرئی و uv را ساطع می‌کند.

۲ـ **مونوکروماتور (تک فام ساز):** که یک طول موج خاص (λm) را از خود عبور می‌دهد.

۳ـ **جایگاه قرار دادن نمونه:** که در لوله‌های مخصوص دستگاه بنام کُوِت (Cuvette) که طولی برابر ۱cm دارد، قرار می‌گیرد.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

۴ـ دتکتور: یک فتوسل (نورسنج) است که نور عبوری از محلول را اندازه‌گیری می‌کند. جذب نور از محلول‌ها از قانون بیرلامبرت پیروی می‌کند که در مباحث گذشته شرح داده شده است.

اسپکتروفتومتری بر اساس جذب مولکولی است؛ که لحظه‌ی جذب مولکول بسیار کوتاه می‌باشد.

همچنین تابع سه عامل می‌باشد: غلظت، جذب و طول سل

جنس سل براساس نوع لامپ متفاوت است. برای طیف uv جنس سل از سیلیکات یا کوارتز است در حالی‌که برای طیف مرئی از نوع پلاستیکی یا شیشه‌ای است.

طیف سنجی جرمی (Mass spectroscopy): تکنیکی است که نمونه‌های مورد آزمایش را پس از باردار نمودن به وسیله‌ی میدان‌های الکتریکی و مغناطیسی براساس جرم آنها تقسیم‌بندی می‌کنند.

در واقع دستگاه تشخیص کیفی است؛ یعنی برای شناسایی ترکیبات مورد استفاده قرار می‌گیرد. اما برای تعیین کمی هم مورد استفاده قرار می‌گیرد. در نمونه برداری از هوای شهرها برای ترکیبات فراری که با تناکس جمع‌آوری شده‌اند از این روش استفاده می‌شود.در این دستگاه گاز مصرفی فقط هیلیوم است.

اجزاء دستگاه:

۱ـ سیستم ورودی نمونه: قبل از تشکیل یون‌ها باید راهی پیدا کرد تا بتوان جریانی از مولکول‌ها را به محفظه‌ی یونیزاسیون که عمل یونیزه شدن در آن انجام می‌گیرد روانه ساخت. سیستم ورودی برای ایجاد چنین جریانی از مولکول‌ها به کار برده می‌شوند. نمونه‌های مایع، گاز و جامد را می‌توان با طیف‌سنجی جرمی مورد مطالعه قرار داد. در این روش باید از وسایلی استفاده کرد که مقدار کافی از نمونه را به حالت بخار درآورده سپس جریانی از مولکول‌ها را روانه محفظه‌ی یونیزاسیون کند.

۲ـ محفظه‌ی یونیزاسیون: یک دسته الکترون پر انرژی از یک کاتد داغ یا فیلامان منتشر شده و یونش اولیه را امکان‌پذیر می‌سازد. فیلامان یک رشته سیم داغ از جنس تنگستن است که بر اثر گرم شدن، از خود الکترون ساطع می‌کند. در شرایط معمولی الکترون‌ها دارای انرژی معادل ۷۰ الکترون ولت می‌باشد که برخورد آنها با مولکول‌های خنثی باعث یونیزه کردن بسیاری از آنها شده است. در صورتی‌که یک مولکول از یک منبع یونش عبور کند تحت شرایط منبع یونش به اجزاء سازنده تبدیل می‌شود.

جداسازی یون‌ها: جداسازی یون‌ها در یک میدان مغناطیسی صورت می‌گیرد. یون‌های مثبت از یک روزنه باریک به نام شکاف عبور کرده و وارد میدان مغناطیسی می‌شود. جریان یون‌ها بر اساس —— آنها دسته‌بندی می‌شوند. بدین صورت که یون‌ها وارد میدان مغناطیسی شده و تحت تأثیر میدان مغناطیسی و با توجه به نسبت جرمی که دارند یک مسیر انحنادار را طی می‌کنند. که شعاع آن (فاصله از میدان) بستگی به نسبت —— دارد.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

جداسازی با ۲ عمل انجام می‌شود:

۱ـ یون‌هایی که نسبت —— متفاوت دارند از هم جدا می‌شوند.

۲ـ یون‌هایی که نسبت —— یکسان دارند در یک دسته قرار می‌گیرند.

۳ـ آشکارساز: آشکارکننده بسیاری از دستگاه‌ها شامل یک شمارش‌گر است که جریان تولیدی آن متناسب با تعداد یون‌هایی است که به آن برخورد می‌کند. شدت پرتوی یون‌ها به جریان الکتریکی تبدیل و این جریان اندازه‌گیری می‌شود.

۴- پیک غالب یا پیک مبنا: در هر تجزیه‌ی مولکولی ترکیبات خاص یک عامل که تجزیه می‌شود به صورت غالب عمل می‌نماید. به عنوان مثال: در بنزن قسمت حلقوی به عنوان غالب است چون استحکام بیشتری دارد و قسمتی که استحکام ندارد شکسته خواهد شد.

۵ـ ثبات آشکارساز: سیگنال تولید شده از آشکارساز به یک ثبات داده می‌شود که این ثبات خود طیف جرمی را ایجاد می‌نماید.

تجزیه ترکیبات نمونه‌برداری شده با زغال فعال:

نمونه‌ها گرفته شده از CS_2 در کیسه‌ی یخ نگهداری می‌شوند. این عمل از حرکت CS_2 به سمت بخش عقبی زغال فعال جلوگیری می‌کند. جهت تجزیه‌ی دی‌سولفید کربن از آشکارساز (FPD) استفاده می‌شود.

محاسبه‌ی نهایی آلاینده در هوا:

$$\text{غلظت} \quad C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{VR}$$

W_f: مقدار آنالیت به‌دست آمده از بخش جلویی (نمونه اصلی)

W_b: مقدار آنالیت به‌دست آمده از بخش عقبی (نمونه اصلی)

B_f: مقدار آنالیت به‌دست آمده از بخش جلویی (نمونه شاهد)

B_b: مقدار آنالیت به‌دست آمده از بخش عقبی (نمونه شاهد)

V: حجم نمونه‌برداری شده

R: بازیافت نمونه

تجزیه‌ی ترکیبات نمونه‌برداری شده توسط سیلیکاژل:

سیلیکاژل نسبت به زغال فعال آب بیشتری جذب می‌کند. در عمل بازیافت از سیلیکاژل جهت بسیاری از ترکیبات شیمیایی از ظرف التراسونیک و ترکیبات اتانول و متانول استفاده می‌شود.

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

تجزیه‌ی ترکیبات نمونه‌برداری شده توسط جاذب سطحی پلیمری

تجزیه‌ی نیکوتین ← GC مجهز به آشکارساز NPD

تجزیه‌ی نیترواتان ← GC مجهز به آشکارساز FID

تجزیه‌ی ترکیبات آلی نمونه بردای شده با استفاده از فیلتر

✓ انتشار بسیاری از هیدروکربن‌ها مانند آفت‌کش‌ها و سموم ارگانو فسفره در محیط کار به صورت آئروسل بوده که جهت جمع‌آوری آنها از فیلتر استفاده می‌شود.

✓ جهت تجزیه‌ی دی‌بوتیل فسفات از معرف شیمیایی ان ـ ا ـ بیس تری متیل سیلیس تری فلوئور و استالدهید استفاده می‌شود.

✓ در تجزیه‌ی ارتوترفینل محلول جاذب را در داخل لوله‌ی سانتریفیوژ قرار داده و سپس N_2 را از محلول عبور می‌دهند.

در صورت استفاده‌ی جاذب سطحی و فیلتر به صورت سری:

$$\text{غلظت}\quad C_2 = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{VR}$$

W_f: مقدار آلاینده در جاذب سطحی و فیلتر اصلی (بخش جلویی)

W_b: مقدار آلاینده در جاذب سطحی و فیلتر اصلی (بخش عقبی)

B_f: نمونه شاهد

B_b: نمونه شاهد

در صورتی که فقط از فیلتر استفاده شود:

$$\text{غلظت}\quad C = \frac{(W - B)}{VR}$$

W: غلظت آلاینده در فیلتر بر حسب µg

B: غلظت آلاینده در فیلتر شاهد

R: میزان بازیافت

V: حجم هوا

تجزیه ترکیباتی که توسط بطری‌های گازشوی جمع‌آوری می‌شوند:

$$\text{غلظت}\quad C = \frac{W - B}{V}$$

W: غلظت نمونه‌برداری در بطری و فیلتر بر حسب µg

B: غلظت آلاینده در نمونه شاهد

V: حجم هوای نمونه‌برداری شده بر حسب لیتر

اندازه‌گیری گازها و بخارات به روش رنگ سنجی

لوله‌های آشکارساز: حاوی جاذب سطحی نظیر سیلیکاژل که با چند ماده دیگر آغشته شده و با عبور آلاینده روی معرف واکنش داده و سبب تغییر رنگ لوله می‌شود. این لوله‌ها غلظت کمتر از ۱ppm را اندازه‌گیری نمی‌کنند.

در اندازه‌گیری مقادیر آلودگی در گازیاب‌ها مقادیر بر اساس طول رنگ و تغییرات آن بررسی می‌شوند. اما در اندازه‌گیری مقادیر آلاینده‌ها به روش غیرفعال تغییر رنگ گازیاب در مقایسه با استانداردها مورد بررسی قرار می‌گیرد.

گازیاب کربن مونواکسید $CO + K_2Pd(SO_3) \rightarrow Pd + CO_2 + K_2SO_4$

زرد مایل به قهوه‌ای تیره

گازیاب سولفید هیدروژن $H_2S + Pd(CH_3COO)_2 \rightarrow Pbs + 2CH_3COOH$

سفید مایل به قهوه‌ای تیره

گازیاب دی‌اکسید گوگرد $SO_2 + Bacl_2 + H_2O \rightarrow BaSO_4 + 2Hcl$

سبز مایل به زرد

گازیاب سیانید هیدروژن $HCN + HgCl_2 \rightarrow Hg(CN_2) + 2Hcl$

زرد مایل به قرمز

لوله‌هایی که بر حسب ppm درجه‌بندی شده‌اند جهت تعیین حد مجاز مواجهه و تعیین غلظت در مقایسه با مقادیر TIV مورد استفاده واقع می‌شوند.

لوله‌هایی که بر حسب درصد درجه‌بندی شده‌اند جهت تعیین غلظت در مکان‌هایی که غلظت بسیار بالاست و یا در جاهایی که خطر انفجار در اثر بالا رفتن درصد گازهای هوای محیط وجود دارد به کار می‌رود.

انتخاب لوله بر اساس نوع و میزان تراکم پیش‌بینی شده می‌باشد.

مهم‌ترین عوامل موثر بر کیفیت لوله‌های آشکارساز:

۱ـ درجه خلوص ماده داخل لوله

۲ـ یکسان بودن ژل

۳ـ اندازه گرانول پر شده

۴ـ اندازه‌ی لوله

۵ـ روش پر کردن لوله

۶ـ طول عمر لوله

مقادیر کم رطوبت سبب کاهش طول عمر آشکارساز می‌شود.

جهت نمونه‌برداری دراز مدت با لوله‌های آشکارساز از پمپ نمونه‌برداری فردی با دبی $\frac{ml}{min}$ ۲۰-۱۰ استفاده

www. Farhikhteganp.ir www.Olompezeshki.org
تلفن دفتر مرکزی: ۶۶۹۷۹۵۲۴-۰۲۱

می‌شود. و برای نمونه‌برداری غیرفعال بر اساس تغییر رنگ میزان دبی پیش‌بینی شده $۰/۱ \frac{ml}{min}$ است. دقت اندازه‌گیری‌ها ۲۵ درصد می‌باشد.

شناخت آئروسل‌ها:

ذره (Particle): هر ماده‌ی پراکنده جامد یا مایع که اندازه‌ی ذرات $۰/۰۰۰۲-۵۰۰ \mu$ باشد و هر واحد از یک مولکول بیشتر است.

آئروسل (Aerosole): پراکندگی ذرات جامد یا مایع در محیط گازی شامل ۲ دسته است:

الف) هم‌اندازه (Monodisperse)

ب) غیر هم‌اندازه (Poly disperse)

گرد و غبار (Dust): ذرات ریز جامد که در اثر خردایش به وجود می‌آیند. مانند: ذرات سیلیس و گچ.

فیوم (Fume): مواد جامدی که در اثر واکنش‌های فیزیکوشیمیایی مانند: احتراق و تصعید تولید و اغلب با اکسیداسیون همراه هستند.

اسموک (Smoke): ذرات کوچک حاصل از احتراق ناقص که در نتیجه‌ی سوختن مواد آلی کربن‌دار به وجود می‌آیند.

Soot: اجتماع ذرات کربن اشباع شده که در اثر احتراق ناقص مواد کربن‌دار به وجود می‌آیند.

Smog: ترکیب آلاینده‌ها با مولکول‌های آب مثلاً آلاینده‌هایی مانند هیدروکربن‌ها، H_2o, SO_2, NOx

Fog ، Mist: میست قطرات مایع و مه مایع پراکنده در هوا. میست با تجزیه خودبه‌خودی مایعات و مه در نتیجه‌ی تغلیظ بخار آب و تشکیل آن مستلزم تراکم است.

Atiken nucei: ذراتی به شعاع کمتر از $۰/۱ \mu$ با رفتار شبیه مولکول‌های هوا در کندانسه نمودن جهت تشکیل باران یا مه مهم هستند.

Haze particle: ذرات تاری با قطری در حد طول موج نور مرئی که مزاحم عبور نور در هوا می‌شوند.

تقسیم‌بندی آئروسل‌ها بر حسب ورود به دستگاه تنفسی انسان:

Respiratory particulate: وارد دستگاه تنفسی می‌شوند اما به آلوئول‌ها نمی‌رسند اندازه‌ای کمتر از ۱۰μ و در قسمت فوقانی سیستم تنفسی گرفتار می‌شوند.

Thoracic particulate: وارد مجرای تنفسی پرزدار شده که در قسمت‌های بحرانی میانی تا حبابچه‌های ریوی ته‌نشین می‌شوند.

Inhalation particulate: وارد حبابچه‌های ریوی شده در ریه جایگزین و حتی وارد سیستم گردش خون هم می‌شوند ذرات در اندازه‌ای کمتر از ۲ میکرون هستند.