



## دستورالعمل آزمایشگاه عوامل شیمیایی محیط کار



تهیه و تنظیم:

گروه مهندسی بهداشت حرفه ای و ایمنی کار

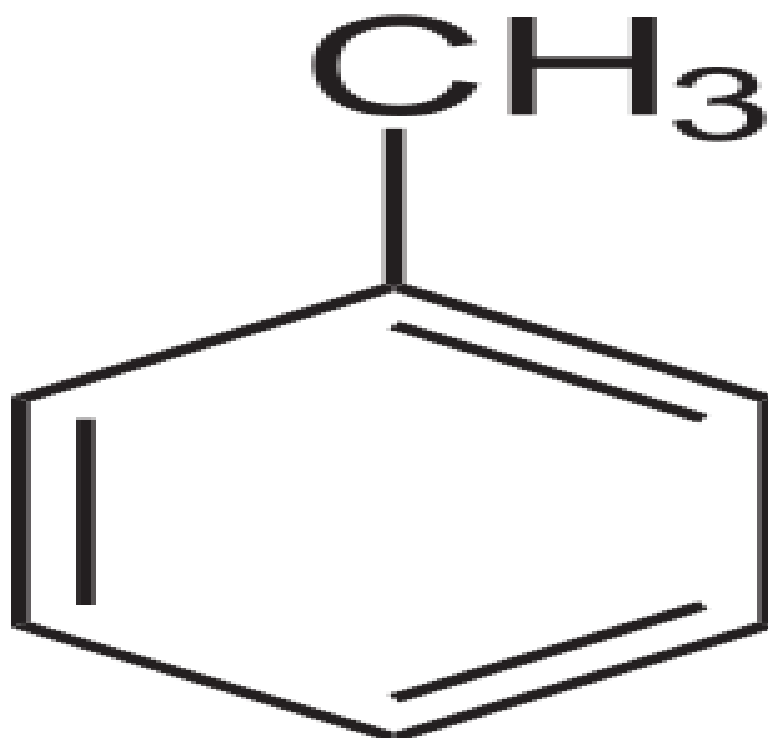
دانشکده بهداشت

دانشگاه علوم پزشکی بم

تیرماه ۱۴۰۱

|                                                                                   |                                                                                                 |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>دستورالعمل درس تجزیه آلاینده های هوا در<br/>آزمایشگاه<br/>شناسایی عوامل شیمیایی محیط کار</p> | <p>تهیه کننده : دانشگاه علوم<br/>پزشکی بم- دانشکده بهداشت<br/>گروه مهندسی بهداشت حرفه<br/>ای و ایمنی کار</p> |
| <p>نمونه برداری، آماده سازی و آنالیز طبق روش NIOSH</p>                            |                                                                                                 | <p>تاریخ بازنگری: تیرماه 1401</p>                                                                            |

جلسه اول :



## 1- مقدمه

از جمله ترکیبات زیان آور موجود در فرآورده های نفتی ترکیبات آلی فرار (VOC) ، می باشند که این ترکیبات در محیط کار به لحاظ پتانسیل سرطانزایی و جهش زایی، اثر مستقیم بر سلامتی کارکنان دارد. اجزاء فرار فرآورده های نفتی بطور عمده شامل مخلوطی از منو آروماتیک ها همچون بنزن، تولوئن، اتیل بنزن و ایزومرهای زایلن می باشند که بصورت مخفف BTEX خوانده می شود.

تولوئن با فرمول  $3CH_5H_6C$  مایعی شفاف و بی رنگ ، قابل اشتعال و خوش بو می باشد. تولوئن به طور گسترده ای به عنوان یک ماده خام صنعتی و به عنوان حلال استفاده می شود. این ماده در صنایع تولید پلاستیک ، شیشه نوشابه ، داروسازی، جوهر و وسایل آرایشی ، رنگ ساختمان ، دخانیات، چسب، مواد شوینده و پاک کننده، آبکاری و لاک بکار می رود. تولوئن همچنین به منظور افزایش عدد اکتان و به عنوان ماده مکمل به بنزین اضافه می شود. تولوئن بطور طبیعی در نفت خام و درخت تولوئول یافت می شود . تولوئن در فرآیند تولید بنزین و سوخت های دیگر از نفت خام و همچنین در تولید کک از زغال سنگ و بعنوان یک محصول جانبی هنگام تولید استایرن، تولید می شود. منابع متحرک، سوخت خودروها و جایگاههای سوختگیری عامل انتشار تولوئن می باشد. فعالیت های صنعتی شامل پروسه تولید، مصرف و دفع مواد زاید که در این صنایع تولوئن به عنوان ماده خام و مکمل و یا حلال استفاده می گردد، همچنین محیط های اداری، تجاری و خانگی که در آن ها تولوئن استفاده می شود، عامل انتشار تولوئن به ویژه در محیط های بسته می باشند.

**اثرات حاد:** بیشترین تأثیرات تولوئن بر روی سیستم عصبی مرکزی مغز انسان و حیوانات می باشد. تولوئن بوسیله اختلال در سیستم تنفسی باعث آریتمی قلبی شده و حتی این عارضه باعث مرگ می شود. بطور کلی اکثر عوارض ناشی از تماس با تولوئن مانند بی خوابی، سرگیجه در اثر قطع تماس از بین می رود ولی تماس مستمر باعث ایجاد اختلالات دائمی می گردد.

**اثرات مزمن:** عوارض مزمن و شدید ناشی از تأثیر تولوئن در غلظت بالا به ویژه بر روی سیستم عصبی شامل خواب آلودگی، ناهماهنگی حرکتی و بیهوشی، کوچک شدن مغز، اختلالات التهابی و اختلال در حرکت چشم و تأثیر بر سرعت عمل ، شنیدن، دیدن و رفتارهای عصبی، همچنین ایجاد عوارضی چون سوزش مجرای تنفسی و چشم، گلودرد ، سردرد، سرگیجه و بی خوابی و بروز اختلال در کبد، کلیه و ریه می باشد.

## 2- هدف

هدف از تدوین این روش آشنایی دانشجویان با روش نمونه برداری تولوئن و آماده سازی نمونه و تهیه محلول های استاندارد و کاربردی و آنالیز با دستگاه GC می باشد.

## 3- دامنه عملکرد

هدف از تدوین این روش اجرایی انجام نمونه برداری، آماده سازی نمونه، تهیه محلول های مورد نیاز و آنالیز دستگاهی در حوزه های تعیین شده طبق سرفصل درس نمونه برداری و تجزیه، دانشجویان مهندسی بهداشت حرفه ای ، جهت شناسایی و انجام روش های نمونه برداری و تجزیه در آزمایشگاه شیمیایی دانشکده بهداشت کاربرد دارد.

## 4- تعاریف و اصطلاحات

زغال فعال: کربن اکتیو یا کربن بلک شکلی از کربن است که بر اثر عملیات پردازش و پوکی، سطح داخلی آن افزایش می یابد.

## 5- روش اجراء

### 5-1: خصوصیات تولوئن

- فرمول شیمیایی:  $C_7H_8$
- وزن مولکولی: 92/14
- اسامی مترادف: متیل بنزن
- CAS: 108-88-3
- RTECS: XS5250000
- ویژگی ها: نقطه جوش 110/6 درجه سلسیوس؛ فشاربخار 28/4 (3/79 KPa) در 25 درجه سلسیوس؛ دانسیته 0/867 g/ml در 20 درجه سلسیوس.

### 5-2: حد مجاز

| نام ماده شیمیایی | ACGIH(SKIN) | NIOSH   | OSHA    |
|------------------|-------------|---------|---------|
| تولوئن           | 20 PPM      | 100 PPM | 200 PPM |

### 5-3: مواد و محلول های مورد نیاز

- 1- کربن دی سولفید، برای کروماتوگرافی
- 2- آنالیت (تولوئن)، معرف
- 3- هلیوم تصفیه شده و فیلتر شده
- 4- هیدروژن تصفیه شده و فیلتر شده
- 5- هوای تصفیه شده و فیلتر شده

### 5-4: وسایل و تجهیزات مورد نیاز

- 1- نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول 7 cm، قطر خارجی 6 mm و قطر داخلی 4 mm؛ که انتهای آن با حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته ی نارگیل (قسمت جلویی: 100 mg، قسمت عقبی: 50 mg) که توسط یک لایه 2 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده است. 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. لوله ها در بازار موجود می باشند.

- 2- پمپ نمونه برداری فردی با دبی  $0/01 - 0/2 \text{ L/min}$ ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
- 3- دستگاه گاز کروماتوگراف، با آشکارساز شعله ای - یونی، ثبت کننده نمودار و ستون.
- 4- ویال های شیشه ای نمونه برداری خودکار،  $1/8$  میلی لیتری با درپوش پیچ دار PTFE.
- 5- پیپت 2 میلی لیتری
- 6- سرنگ های 10، 25، 250 میکرولیتری
- 7- بالن ژوژه 10 میلی لیتری

### 5-5: روش نمونه برداری

- 1- پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- 2- قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعاً 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  $0/01 - 0/2 \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای 1 تا 8 لیتر انجام دهید.

نکته: جهت حساب کردن زمان مورد نیاز برای نمونه برداری از فرمول زیر استفاده میکنید.

$$\text{دبی} / \text{حجم هوای مورد نیاز} = \text{زمان نمونه برداری بر حسب دقیقه}$$

- 4- درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید.

### 5-6: آماده سازی

- 1- محتوای بخش جلویی و عقبی لوله را در ویال های جداگانه قرار دهید. لایه پشم شیشه به همراه بخش جلویی لوله در ویال قرار گیرد.
- 2-  $0/1 \text{ ml}$  از حلال (کربن دی سولفید) را به هر کدام از ویال ها اضافه کرده و در پوش آن را فوراً ببندید.
- 3- ویال ها را به مدت 30 دقیقه در همزن قرار دهید.

## 5-7: کالیبراسیون و کنترل کیفی

- 1- روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی کمتر از حد آشکارسازی ( $LOD=0.7$ ) تا 10 برابر حد کمی سازی (LOQ) را پوشش دهد کالیبره کنید. در صورت لزوم برای گسترش منحنی کالیبراسیون استانداردهای بیشتری را آماده کنید.
- 2- مقدار مشخصی از آنالیت (تولون) یا محلول استاندارد آن را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با کربن دی سولفید به حجم 10 میلی لیتر برسانید. محلول های استانداردهای اضافه شده را از طریق رقیق سازی مرحله ای در بالن ژوژه ی 10 میلی لیتری آماده کنید.
- 3- محلول های فوق را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
- 4- منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (مساحت پیک تولون در هر میکرو گرم تولون در هر نمونه).
- 5- راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر مقدار از زغال فعال که در نمونه برداری استفاده می شود تعیین کنید.
- 6- سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
- 7- توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی (2 تا 25 میکرولیتر) از محلول استاندارد تولون را مستقیماً به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
- 8- لوله های را به مدت چند دقیقه رها کرده تا با هوای محیط به تعادل درآید سپس در پوش ویال را بسته و آن را به مدت یک ساعت رها کنید.
- 9- محلول های استاندارد را جدا سازی کرده (مراحل 1-3 آماده سازی) و با هم مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1 و 2 اندازه گیری).
- 10 - نموداری از راندمان جذب در برابر میکروگرم تولون بازیافت شده ترسیم کنید.
- 11- سه spike مجهول کنترل کیفی و سه spike آنالیت را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان جداسازی تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.

## 6-8: اندازه گیری

دستگاه گاز کروماتوگراف 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.

1- آنالیت (ماده مورد تجزیه): تولوئن

2- جداساز: 1 میلی لیتر کربن دی سولفید

3- دمای تزریق: 250 درجه سلسیوس

4- دمای آشکار ساز: 300 درجه سلسیوس

5- دمای ستون: 40 درجه سلسیوس در 10 دقیقه تا 230 درجه سلسیوس در 10 دقیقه

6- گاز حامل: هلیوم (2/6 ml/min)

7- ستون: موئین، سیلیکای گداخته شده، با قطر داخلی 0/32 mm

نکته 1: اگر سطح پیک بالاتر از گستره منحنی استاندارد های کاربردی بود، با کربن دی سولفید رقیق کرده و مجدداً آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.

نکته 2: زمان ماند تقریبی برای تولوئن 6/13 دقیقه است.

8- مساحت پیک را محاسبه کنید.

## 6-9: مداخله گر ها

زمانی که رطوبت محیط بالا باشد ممکن است در مقادیر پایین تری از نمونه جذب شده، شاهد نشت نمونه باشیم. سایر ترکیبات عالی فرار از قبیل الکل ها، کنون ها، اترها و هیدروکربن های هالوژنه می توانند در آنالیز نمونه ها تداخل ایجاد کنند.

## 6-10: محاسبات

1- جرم بر حسب  $\mu\text{g}$  (تصحیح شده برای راندمان جذب) تولوئن موجود در بخش جلویی ( $W_f$ ) و عقبی ( $W_b$ ) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی ( $B_f$ ) و عقبی ( $B_b$ ) نمونه شاهد را محاسبه کنید.

نکته: اگر  $W_b > W_f/10$  به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.

2- محاسبه غلظت (C) تولوئن در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C = \frac{(W_f + W_b - B_f - B_b)}{V} \text{ mg/m}^3$$

|                                                                                   |                                                                                     |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>دستورالعمل درس تجزیه آلاینده های هوا در آزمایشگاه<br/>عوامل شیمیایی محیط کار</p> | <p>تهیه کننده : دانشگاه علوم<br/>پزشکی بم- دانشکده بهداشت<br/>گروه مهندسی بهداشت حرفه<br/>ای و ایمنی کار</p> |
| <p>نمونه برداری، آماده سازی و آنالیز روی طبق روش NIOSH</p>                        |                                                                                     | <p>تاریخ بازنگری: تیرماه 1401</p>                                                                            |

## جلسه دوم:



## 1- مقدمه

روی عنصری است شیمیایی با علامت اختصاری Zn که دارای عدد اتمی ۳۰ است. روی فلزی است به رنگ سفید متمایل به آبی که بر اثر رطوبت هوا تیره رنگ می‌شود و در حین احتراق رنگ سبز براقی تولید می‌کند. روی بعد از آهن، آلومینیوم و مس چهارمین فلز مورد استفاده در دنیا می‌باشد. از موارد استفاده روی می‌توان آلیاژهای مختلف از جمله برنج و فولاد گالوانیزه را نام برد.

عنصر روی از نظر کمیت دومین عنصر کمیاب موجود در بدن پس از آهن بوده و از طرفی در اعمال متابولیسمی و در ساختمان آنزیمهای مغزی شرکت می‌کند. به عبارتی ناکافی بودن و مصرف بیش از اندازه این فلز می‌تواند سلامتی انسان را به خطر بیاندازد. روی خواص سودمندی از قبیل ضد ویروس، ضد باکتری، ضد تابش و ضد سرطان داشته و همچنین برای رشد عمومی تمامی بافتها ضروری بوده و از کوتولگی و عقب افتادگی افراد جلوگیری می‌کند و سیستم ایمنی بدن را تضمین می‌کند.

کمبود یا افزایش این عناصر باعث بروز بیماری های متعدد می‌شود. فلز روی یکی از این عناصر کمیاب بدن محسوب می‌شود که مسمومیت با آن آثار متعددی در اندام های مختلف بدن به جای می‌گذارد. اثر سمی حاد آن که به شکل Fume Metal Fever خود را نشان می‌دهد، کاملاً به اثبات رسیده است؛ ولی در مورد عوارض تماس مزمن با این فلز تحقیقات مختلف عقاید متعددی را مطرح کرده اند. زخم معده، التهاب پانکراس، کم خونی، تب، تهوع، استفراغ، اختلال تنفسی و فیبروز ریه از عوارض گزارش شده در مسمومیت با روی است.

## 2- هدف

هدف از این روش آشنایی دانشجویان با روش نمونه برداری روی و آماده سازی نمونه و تهیه محلول های استاندارد و کاربردی و آنالیز با دستگاه جذب اتمی می‌باشد.

## 3- دامنه عملکرد

انجام نمونه برداری، آماده سازی نمونه، تهیه محلول های مورد نیاز و آنالیز دستگاهی در حوزه های تعیین شده طبق سرفصل درس نمونه برداری و تجزیه، دانشجویان مهندسی بهداشت حرفه ای، جهت شناسایی و انجام روش های نمونه برداری و تجزیه در آزمایشگاه شیمیایی دانشکده بهداشت کاربرد دارد.

#### 4- روش اجراء

##### 4-1: خصوصیات روی:

- 1- فرمول شیمیایی: zn
- 2- وزن مولکولی: 55/37
- 3- CAS: 7440-66-6 (Zn). 1314-13-2(Zno)
- 4- RTECS: ZG8600000(Zn). ZH4810000(Zno)
- 5- ویژگی ها: وزن اتمی 65.38، نقطه ذوب 419.83 درجه سلسیوس؛ درجه سختی بر حسب واحد موهس ۲/۵ دارای ظرفیت ۲ در گروه IIB جدول تناوب دارای ایزوتوپهای طبیعی ۷۰-۶۸-۶۶-۶۴ و ایزوتوپهای رادیواکتیو ۷۲-۷۱-۶۹-۶۵-۶۳-۶۰ روی فلز نرم و سفید با قابلیت چکش خواری باجلای خاکستری متمایل به آبی قابل حل در اسیدها و بازها و غیرقابل حل در آب می باشد.

##### 4-2: حد مجاز:

| نام ماده شیمیایی | ACGIH(SKIN) | NIOSH   | OSHA    |
|------------------|-------------|---------|---------|
| zinc             | 5 mg/m3     | 5 mg/m3 | 5 mg/m3 |

##### 4-3: مواد و محلول های مورد نیاز:

- 1- اسید نیتریک غلیظ
- 2- اسید نیتریک 1٪ حجمی: با اضافه کردن 10 میلی لیتر  $HNO_3$  غلیظ به 500 میلی لیتر آب دی یونیزه و رساندن آن به حجم 1 لیتر
- 3- روی فلزی
- 4- هوا، فیلتر شده
- 5- استیلن
- 6- آب مقطر یا دیونیزه شده

#### 4-4: وسایل و تجهیزات مورد نیاز:

- 1- فیلتر استر سلولز غشایی با پورسایز 0.8 میکرومتر و قطر 37 میلی متر و کاست فیلتر.
- 2- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 1 تا 3 لیتر در دقیقه
- 3- روتامتر کالیبره جهت تنظیم دبی پمپ
- 4- دستگاه جذب اتمی همراه با لامپ کاتد توخالی مخصوص روی و رگولاتور جهت تنظیم سوخت هوا – استیلن
- 5- بالن ژوژه 100 میلی لیتری
- 6- اجاق های هات پلیت با درجه 140 درجه سانتیگراد
- 7- میکرو پیپت 5 تا 50 میکرولیتری
- 8- پنس و لوله های اتصال انعطاف پذیر

#### 4-5: روش نمونه برداری:

- 1- پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- 2- فیلتر نمونه برداری در نگهدارنده گذاشته می شود و قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- 3- عمل نمونه برداری در یک دبی مشخص بین 1-3 L/min برای عبور حجم هوای 10 تا 400 لیتر انجام می شود. وزن ترکیب فلزی جمع آوری شده نباید بیش از 2mg تجاوز کند.

نکته: جهت حساب کردن زمان مورد نیاز برای نمونه برداری از فرمول زیر استفاده میکنید.

$$\text{دبی} / \text{حجم هوای مورد نیاز} = \text{زمان نمونه برداری بر حسب دقیقه}$$

- 4- چنانچه هدف نمونه برداری فردی است، وسیله نمونه گیر به یقه کارگر و در مجاورت دستگاه تنفس وی وصل می گردد.
- 5- نمونه ای به عنوان نمونه شاهد انتخاب می شود و همه ی عملیاتی که بر روی نمونه اصلی انجام می گیرد، بر روی نمونه شاهد نیز انجام می شود با این تفاوت که هوا از روی آن عبور داده نمی شود.

#### 4-6: آماده سازی:

- 1- نگهدارنده فیلتر را باز کرده و فیلتر به ظرف بشر انتقال داده می شود.
- 2- میلی لیتر اسیدنیتریک غلیظ را به ظرف بشر اضافه کرده و با شیشه ساعت پوشانده می شود.  
نکته: تهیه شاهد آزمایشگاهی از این مرحله شروع می شود.
- 3- محلول را بر روی اجاقی که دمای 140 درجه سانتیگراد تنظیم شده حرارت داده می شود، بطوری که رنگ زرد ظاهر گردد مجددا در صورت عدم هضم نمونه، اسید اضافه کرده تا کلیه مواد آلی هضم گردند.
- 4- وقتی که نمونه کاملا به رنگ روشن درآمد، شیشه ساعت برداشته شده و با اسیدنیتریک 1٪ آب کشی می گردد.
- 5- ظرف بشر را بر روی اجاق حرارت دهنده گذاشته تا زمانی که 0/5 میلی لیتر از محلول باقی بماند.
- 6- با استفاده از 10 میلی لیتر اسید نیتریک 1٪ دیوارهای بشر را آبکشی کرده، به مدت 5 دقیقه مجددا آن را حرارت داده تا زمانی که هیچ گونه ذره جامدی دیده نشود آنگاه محلول را برداشته و در هوای بیرون گذاشته تا خنک گردد.
- 7- محلول به بالن ژوژه ی 100 میلی لیتری منتقل شده و با آب دی یونیزه به حجم رسانیده می شود.

#### 4-7: تهیه محلول استاندارد:

- 1- تهیه محلول استاندارد مادر روی 1000 میکروگرم بر میلی لیتر: با اضافه کردن یک گرم روی فلزی در حداقل حجم HCL به یک بالن ژوژه ی 1 لیتری و به حجم رساندن آن با  $\text{HNO}_3$  1٪ تهیه می گردد.
- 2- با اضافه کردن مقادیر معین از محلول استاندارد مادر به یک بالن ژوژه ی 100 میلی لیتری و به حجم رساندن آن با اسید نیتریک 1٪ تهیه می گردد.

#### 4-8: روش تجزیه و محاسبات:

- 1- ابتدا دستگاه جذب اتمی مطابق دستورالعمل کارخانه سازنده آماده می شود و در طول موج 309/3 nm تنظیم می گردد.
- 2- لامپ کاتد تو خالی بر روی دستگاه نصب می شود سپس دستگاه 10 تا 20 دقیقه روشن شده تا انرژی داخلی آن تثبیت گردد.

- 3- با تزریق آب دی یونیزه خط پایه قبل از محلول استاندارد تنظیم می شود و با آسپیره کردن محلول استاندارد به دستگاه، منحنی استاندارد با توجه به مقدار جذب و غلظت نمونه رسم می گردد.
- 4- نمونه های اصلی و شاهد به دستگاه داده و میزان جذب آن اندازه گیری می شود سپس از طریق مقایسه با منحنی استاندارد غلظت هر نمونه تعیین می گردد.
- 5- اگر نمونه بیش از دامنه ی خطی منحنی استاندارد باشد باید نمونه رقیق شود تا در حد تشخیص قرار گیرد.
- 6- اگر نمونه تهیه شده کمتر از دامنه ی خطی منحنی استاندارد باشد، باید محلول های استاندارد را با رقت کمتری ساخت تا غلظت در نمونه های اصلی تعیین گردد.
- 7- چنانچه محلول استاندارد جدیدی آماده می گردد مقادیر جذب محلول های استاندارد جدید با محلول استاندارد قدیم مقایسه گردد. ثبت دائمی استاندارد، کمک می کند تا محلول های استandarادی که خطا دارند، مشخص شوند.
- 8- نمونه های شاهد همیشه باید همراه نمونه های اصلی و با همان شرایط تجزیه گردند.
- 9- غلظت هر ماده آلاینده در هوا با استفاده از فرمول زیر محاسبه می شود:

$$C = \frac{(C_s + V_s - C_b - V_b)}{V} \text{ mg/m}^3$$

C: غلظت ماده آلاینده بر حسب  $\text{mg/m}^3$

$C_s$ : غلظت ماده آلاینده در نمونه اصلی بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر

$V_s$ : حجم محلول نمونه اصلی بر حسب ml

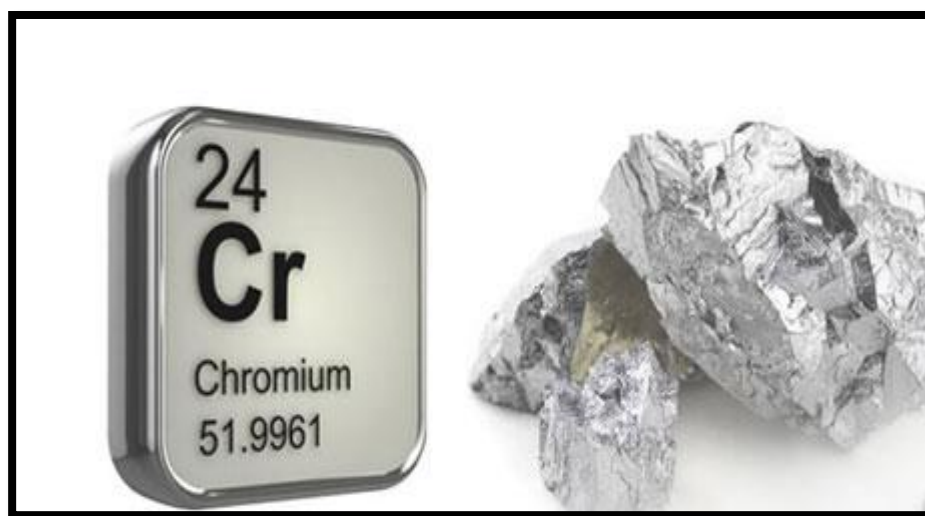
$C_b$ : غلظت ماده آلاینده در نمونه شاهد بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر

$V_b$ : حجم محلول شاهد بر حسب میلی لیتر

V: حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر

|                                                                                   |                                                                                     |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>دستورالعمل درس تجزیه آلاینده های هوا در آزمایشگاه<br/>عوامل شیمیایی محیط کار</p> | <p>تهیه کننده : دانشگاه علوم<br/>پزشکی بم- دانشکده بهداشت<br/>گروه مهندسی بهداشت حرفه<br/>ای و ایمنی کار</p> |
|                                                                                   | <p>نمونه برداری، آماده سازی و آنالیز کروم با دستگاه اسپکتروفتومتری</p>              | <p>تاریخ بازنگری: تیرماه 1401</p>                                                                            |

### جلسه سوم :



#### 1-مقدمه

کروم به شکل سنگ معدن کرومیت  $H_2CrO_4$  استخراج می شود. این عنصر را بصورت تجاری با حرارت دادن این سنگ معدن در حضور آلومینیوم یا سلیکون تهیه می کنند. کروم، فلزی سخت ، براق و به رنگ خاکستری است. فلزی که به شدت جلا می گیرد، به سختی قابل جوش خوردن است و در برابر زنگ زدگی و سیاه شدن مقاوم می باشد. معمولی ترین حالت های اکسیداسیون کروم  $+2$ ،  $+3$  و  $+6$  است که  $+3$  پایدارترین آنها و حالت های  $+4$  و  $+5$  نسبتا کمیاب می باشند. ترکیبات کروم در حالت اکسیداسیون 6، اکسیدکننده هایی قوی هستند .

موارد استفاده کروم : در متالوژی برای مقاوم کردن در مقابل پوسیدگی و در براقی نهائی. بعنوان یک جزء در آلیاژها، مثلاً "در فولاد ضدزنگ. در آب کاری با کروم. در آلومینیوم آنادایز ، بعنوان یک کاتالیزور. همچنین از کرومیت برای ساخت قالبهای پخت آجر استفاده می شود. نمکهای کروم باعث سبز شدن رنگ شیشه می شود. کروماتها و اکسیدها در رنگ مو و رنگهای معمولی بکار می روند. دی کرومات پتاسیم یک معرف شیمیایی است که در تمیز کردن ظروف شیشه ای آزمایشگاهی و بعنوان یک عامل تیترات مورد استفاده قرار می گیرد. این عنصر همچنین بصورت دندانه (مثلاً، عامل ثابت نگه دارنده ) در رنگرزی بکار می رود. دی اکسید کروم ( $\text{CrO}_2$ ) در تولید نوارهای مغناطیسی مصرف می شود این نوارها نسبت به نوارهای اکسید آهن دارای مقاومت در برابر میدانهای مغناطیسی بیشتری، بوده لذا موجب کارآئی بهتر می شوند.

فلز کروم و ترکیبات کروم (III) معمولاً برای سلامتی خطرناک نیستند اما ترکیبات کروم VI در صورت بلع سمی هستند. مقدار تقریباً نصف قاشق چای خوری ترکیبات کروم سمی VI کشنده بوده و سرطانزا بودن مقادیر غیر کشنده کروم VI به اثبات رسیده است. بیشتر ترکیبات کروم VI برای چشم ، پوست و بافتهای مخطی مضر می باشد. تماس دائمی با این ترکیبات می تواند موجب آسیبهای دائمی چشم گردد مگر مواردی که درمان کامل صورت پذیرد. در سال 1958 سازمان بهداشت جهانی حداکثر میزان مصرف مجاز کروم VI از جنبه سلامتی را 0/05 میلی گرم در هر لیتر آب آشامیدنی پیشنهاد کرد. این پیشنهاد بارها بررسی شد و در این فاصله مقدار اعلام شده تغییر نکرد .

## 2- هدف

هدف از این روش آشنایی دانشجویان با روش نمونه برداری روی و آماده سازی نمونه و تهیه محلول های استاندارد و کاربردی و آنالیز با دستگاه جذب اتمی می باشد.

## 3- دامنه عملکرد

انجام نمونه برداری، آماده سازی نمونه، تهیه محلول های مورد نیاز و آنالیز دستگاهی در حوزه های تعیین شده طبق سرفصل درس نمونه برداری و تجزیه، دانشجویان مهندسی بهداشت حرفه ای ، جهت شناسایی و انجام روش های نمونه برداری و تجزیه در آزمایشگاه شیمیایی دانشکده بهداشت کاربرد دارد.

#### 4- روش اجراء

#### 4-1: خصوصیات کروم:

فرمول شیمیایی: Cr

ویزگی ها: وزن اتمی 51.9961، نقطه ذوب 2130 درجه کلین.

#### 4-2: حد مجاز

| نام ماده شیمیایی | ACGIH(SKIN)             | NIOSH                         | OSHA                                         |
|------------------|-------------------------|-------------------------------|----------------------------------------------|
| کروم             | 0.050 mg/m <sup>3</sup> | 0.001 mg/m <sup>3</sup> /10 h | 0.1 mg/m <sup>3</sup> (as CrO <sub>3</sub> ) |

#### 4-3: مواد و محلول های مورد نیاز:

- 1- اسید سولفوریک 98٪ وزنی
- 2- اسیدسولفوریک 6 نرمال: با اضافه کردن 167 میلی لیتر اسیدسولفوریک غلیظ به آب در یک بالن ژوژه یک لیتری و رساندن آن به حجم تهیه می گردد.
- 3- اسید سولفوریک 0/5 نرمال: با اضافه کردن 14 میلی لیتر اسید سولفوریک به آب در یک بالن ژوژه ی یک لیتری و رساندن آن به حجم تهیه می گردد.
- 4- کربنات سدیم
- 5- هیدروکسید سدیم
- 6- کرومات پتاسیم
- 7- محلول دی فنیل کربوزاید: حل کردن 500 میلی گرم سیم دی فنیل کربوزاید در 100 میلی لیتر استن و رساندن آن به حجم 100 میلی لیتر تهیه می گردد.

- 8- محلول استخراج نمونه از فیلتر سود 2٪ با  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  : با حل کردن 20 گرم سود و 30 گرم کربنات سدیم در آب دی یونیزه و رساندن آن به حجم یک لیتر تهیه می گردد.
- محلول استاندارد مادر کروم شش ظرفیتی با حل کردن 735/3 گرم  $\text{KCrO}_4$  در آب دی یونیزه در یک بالن ژوژه یک لیتری تهیه می گردد.
- 9- نیتروژن خالص

#### 6-4: وسایل و تجهیزات مورد نیاز:

- 1- فیلتر پلی ونیل کلراید PVC با خلل و فرج 5 میکرومتر و قطر 37 میلی متر در نگهدارنده.
  - 2- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 1 تا 4 لیتر در دقیقه همراه با لوله های انعطاف پذیر.
  - 3- ظرف ویال 20 میلی لیتری
  - 4- پنس
  - 5- دستگاه اسپکتروفتومتر UV-VIS قابل تنظیم در طول موج 540 نانومتر همراه با کووت 5 سانتی متری.
  - 6- دستگاه فیلتراسیون
  - 7- بشر بروسیلیکات 50 میلی لیتری
  - 8- شیشه ساعت
  - 9- بالن ژوژه 25، 100، 1000 میلی لیتری
  - 10- اجاق هات پلیت 120 تا 140 درجه سلسیوس
  - 11- میکرو پی پت
  - 12- لوله سانتریفوژ 40 میلی لیتری با سرپوش پلاستیکی
  - 13- قیف بوختر
- نکته: ترکیبات غیرحلال کرومات مشکوک به سرطان زایی بوده و آماده سازی همه ی نمونه باید زیر هود انجام گیرد.

#### 4-5: روش نمونه برداری:

- 1- پمپ نمونه برداری فردی در شرایطی که وسیله نمونه گیر به آن متصل است با استفاده از پیستون بدون اصطحکاک کالیبره می گردد.

- 2- عمل نمونه برداری را با دبی 1 تا 4 لیتر در دقیقه جهت تهیه حجم هوایی 8 تا 400 لیتر انجام داده و در شرایط نمونه برداری نبایستی مقدار آلاینده جمع شده بر روی فیلتر از 1 میلی گرم بیشتر باشد.
- 3- در خاتمه نمونه برداری، فیلتر را با پنس از کاست نگهدارنده برداشته و پس از انتقال به درون یک ویال به آزمایشگاه منتقل می گردد.

#### 4-6: آماده سازی:

##### 1-4-6: روش آماده سازی شماره 1:

جهت ترکیبات محلول کرومات یا اسید کرومیک از این روش استفاده می شود.

- (a) فیلتر اصلی و شاهد از داخل ظرف ویال برداشته شده و داخل لوله ی سانتریفوژ قرار داده می شود.
- (b) 6 تا 7 میلی لیتر اسیدسولفوریک 0.5 نرمال به هر لوله اضافه کرده و سرپوش آنها را گذاشته سپس آن را تکان داده تا سطح روی فیلتر را بگیرد و به مدت 5 تا 10 دقیقه به حالت راکد گذاشته می شود.
- (c) فیلتر را با یک پنس پلاستیکی از داخل محلول برداشته و سطح آن را با 1 تا 2 میلی لیتر اسیدسولفوریک 0.5 نرمال شسته و در نهایت فیلتر دور ریخته می شود.
- (d) محلول را از داخل یک قیف بوخنر که بر روی آن فیلتر PVC قرار دارد، عبور داده تا عوامل مداخله کننده که به صورت گرد و غبار هستند حذف گردند. محلول فیلتر شده در داخل یک لوله سانتریفوژ تمیز ریخته می شود. ظرف اولیه با دو تا سه میلی لیتر اسیدسولفوریک نیم نرمال آبکشی شده و به داخل قیف بوخنر ریخته می شود و سرانجام خود قیف و فیلتر نیز با 5 تا 8 میلی لیتر اسیدسولفوریک نیم نرمال آبکشی می گردند.
- (e) 0.5 میلی لیتر از محلول دی فنیل کربوزاید به هر لوله سانتریفوژ اضافه کرده و حجم نهایی با اسیدسولفوریک 0.5 نرمال به 25 میلی لیتر رسانده می شود. محلول را تکان داده و صبر کرده تا تغییر رنگ ایجاد شود (حداقل دو دقیقه و حداکثر 40 دقیقه) محلول را به کووت انتقال داده و در طی 40 نمونه بایستی تجذیه گردد.

##### 2-4-6: روش آماده سازی شماره 2:

برای ترکیبات غیرحلال و یا کروم 6 ظرفیتی در حضور آهن از این روش استفاده می شود.

a) فیلتر PVC از داخل بطری برداشته شده و در داخل یک بشر 50 میلی لیتری گذاشته می شود، آنگاه 5 میلی لیتری محلول استخراج فیلتر، سود 2٪ با کربنات سدیم 2٪ به آن اضافه میگردد. به داخل محلول، نیتروژن تزریق کرده تا ترکیبات کروم سه ظرفیتی اکسید شوند، سرپوش یا یک شیشه ساعت گذاشته و تا نزدیکی نقطه جوش حرارت داده می شود و در مدت حرارت دادن به مدت 20 تا 45 دقیقه گاه گاهی تکان داده می شود، مدت حرارت دادن نبایستی بیش از 45 دقیقه باشد. نبایستی اجازه داد تا محلول به سمت خشک شدن برود زیرا ممکن است که ترکیبات کروم با جداره ظرف وارد واکنش شود چنانچه ترکیبات کروم از دست برود رنگ ترکیب قهوه ای خواهد شد.

#### احتیاط ضروری:

- 1- دی اکسید کربن باعث افزایش فشار در ظرف خواهد شد محلول را برای دقایقی راکد گذاشته تا گاز به تدریج آزاد گردد.
- 2- محلول را خنک کرده و همراه با آب مقطر به یک بالن ژوژه ی 25 میلی لیتری انتقال داده، کل حجم بایستی در حدود 20 میلی لیتر نگهداری گردد و چنانچه محلول به صورت شیری رنگ باشد بایستی از داخل یک فیلتر PVC عبور داده شود و با آب مقطر آبکشی گردد.
- 3- 1/9 میلی لیتر از اسیدسولفوریک 6 نرمال به محلول اضافه کرده و تکان داده تا مخلوط گردد.
- 4- 0.5 میلی لیتر از محلول دی فنیل کربوزاید را به محلول اضافه کرده و با آب مقطر به حجم رسانده سپس چندین بار محلول را برگردانده تا محلول مخلوط گردد. آنگاه نصف محلول را خارج کرده سرپوش ظرف را بسته و آن را تکان داده و هرچند وقت یکبار سرپوش را برداشته تا فشار آزاد گردد. این عمل باعث خارج شدن CO<sub>2</sub> می گردد.
- 5- محلول را به یک کووت 5 سانتی متری انتقال داده تا مورد تجزیه قرار گیرد.

#### 4-7: تهیه محلول استاندارد:

6 تا 7 میلی لیتر اسید سولفوریک 5٪، نرمال به چندین بالن ژوژه ی 25 میلی لیتری به طور جداگانه اضافه کرده آنگاه حجم های بین صفر تا 7 میلی لیتر از محلول استاندارد مادر به هر ظرف افزوده سپس 5٪ میلی لیتر از

محلول دی فنیل کربوزاید به محلول اضافه کرده و با استفاده از اسید سولفوریک 5٪، نرمال به حجم 25 میلی لیتر رسانده می شود. محلول های استاندارد فوق حاوی 0 تا 7 میکروگرم کروم هستند.

#### 4-8: روش تجزیه و محاسبات:

- 1- دستگاه اسپکتروفتومتر در طول موج 540 نانومتر تنظیم می گردد.
- 2- با استفاده از محلول 5٪، نرمال اسیدسولفوریک دستگاه در صفر تنظیم می شود.
- 3- نمونه های استاندارد را به دستگاه انتقال داده و با قرائت جذب هر محلول منحنی استاندارد رسم می گردد. به این نکته بایستی توجه نمود که محلول حاوی 1/5 میکروگرم جذبی در حدود 0/2 خواهد داد.
- 4- نمونه های اصلی را در کووت ریخته و از مقایسه با منحنی کالیبراسیون غلظت نمونه تعیین و با توجه به حجم کلی نمونه مقدار آلاینده محاسبه می گردد.
- 5- محاسبه نهایی به حالت زیر خواهد بود:

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

C: غلظت ماده آلاینده بر حسب  $\text{mg/m}^3$

B: مقدار ماده آلاینده در فیلتر بر حسب میکروگرم

W: مقدار ماده آلاینده در فیلتر بر حسب میکروگرم

V: حجم نمونه بر حسب لیتر

|                                                                                   |                                                                                             |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>دستورالعمل درس تجزیه آلاینده های هوا در آزمایشگاه<br/>شناسایی عوامل شیمیایی محیط کار</p> | <p>تهیه کننده : دانشگاه علوم<br/>پزشکی بم- دانشکده بهداشت<br/>گروه مهندسی بهداشت حرفه<br/>ای و ایمنی کار</p> |
| <p>نمونه برداری، آماده سازی و آنالیز آزمون طبق روش NIOSH</p>                      |                                                                                             | <p>تاریخ بازنگری: تیرماه 1401</p>                                                                            |

#### جلسه چهارم:





## 1- مقدمه

آزبست (پنبه نسوز) نام گروهی از ترکیب‌های معدنی منیزیم و سیلیسیم است که بیشتر در طبیعت به صورت الیاف معدنی و سنگ یافت می‌شود. این مواد به خاطر مقاومت زیادی که در برابر گرما و آتش دارند به عنوان مواد نسوز بکار می‌روند.

ماده معدنی آزبست در صنعت، موارد استفاده متعددی دارد که از جمله آن می‌توان به تهیه محصولات نساجی نسوز، لباس‌های محافظ و مقاوم در برابر آتش‌سوزی، تولید ایرانیات و سقف‌های پیش‌ساخته از نوع الیاف بلند آن اشاره کرد.

این ماده مقاومت خوبی در برابر سرما و گرما دارد و عایق خوبی محسوب می‌شود. علاوه بر این آزبست حالت فیبری دارد و می‌توان از آن در مقابل اسیدها به صورت نخ و پارچه استفاده کرد. برای همین است که در صنایع از این ماده استقبال زیادی می‌شود.

آزبست به همان روشی که دیگر کانی‌ها مثل آهن و مس استخراج می‌شوند به دست می‌آید. این ماده قابل تقسیم به میلیون‌ها تار می‌باشد که کریسوتایل (آزبست سفید) بیش از 95 درصد معادن را به خود اختصاص داده است. کروسیدولیت (آزبست آبی) دارای قویترین الیاف بوده و در مقابل اسیدها مقاوم می‌باشد. آموسیت (آزبست قهوه‌ای) در مقابل گرما و حرارت بسیار مقاوم است.

الیاف آزبست می‌تواند به ذرات بسیار ریز و نامرئی تبدیل شود. این ذرات نامرئی که قطر آن‌ها کمتر از 0/5 میکرون است، در هنگام تنفس به اعماق ریه نفوذ می‌کنند و برای همیشه در آن جا می‌مانند. با گذشت زمان این ذرات بر اثر تحریکات مداوم خود می‌توانند سبب بیماری‌های آزبستوزیس (Asbestosis)، سرطان حنجره، سرطان ریه یا بیماری مزوتلیوما (Mesothelioma) شوند که بایستی توجه داشت بیماری‌های ناشی از آزبست درمان ندارد و در نتیجه همه آن‌ها در نهایت به مرگ منتهی می‌شوند.

مصرف آزبست از حدود سال ۱۹۸۰ میلادی در کشورهای صنعتی جهان به شدت کاهش پیدا کرده است. این در حالی است که در بسیاری از کشورهای در حال توسعه مصرف آن در حال افزایش است. در سال ۱۹۹۶ نخست وزیر فرانسه، فرمانی مبنی بر ممنوعیت استفاده از آزبست صادر کرد. این فرمان شش ماده ای مقرر کرده بود که استفاده از آزبست در کلیه محصولات تا سال ۲۰۰۱ محدود و سپس به طور کامل قطع گردد تا از آلودگی زیست محیطی ناشی از این ماده جلوگیری گردد.

## 2- هدف

هدف از این روش آشنایی دانشجویان با روش نمونه برداری آزبست و آماده سازی نمونه و شمارش الیاف آزبست با استفاده از میکروسکوپ فاز کنتراست می باشد.

## 3- دامنه عملکرد

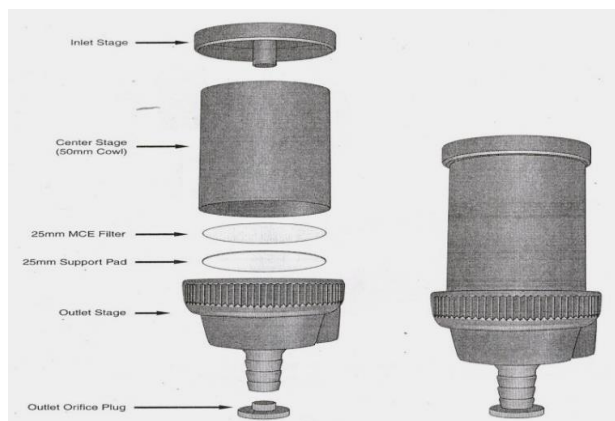
انجام نمونه برداری، آماده سازی نمونه، شمارش الیاف توسط میکروسکوپ فاز کنتراست در حوزه های تعیین شده طبق سرفصل درس نمونه برداری و تجزیه، دانشجویان مهندسی بهداشت حرفه ای و ایمنی کار، جهت شناسایی و انجام روش های نمونه برداری و تعیین مقدار در آزمایشگاه بهداشت حرفه ای دانشکده بهداشت کاربرد دارد.

## 4- تعاریف و اصطلاحات

**آزبستوزیس:** استنشاق طولانی مدت ذرات آزبست منجر به این بیماری می شود. که طی آن بافت بینابینی ریه ها دچار فیبروز می شوند همچنین باعث نارسایی قلبی و خطر ابتلا به سرطان ریه می شود.

**مزوتلیوما (Mesothelioma):** نوعی سرطان بدخیم و نادر است که منشأ آن سلولهای مزوتلیوم هستند؛ سلول های مزوتلیوم سازنده پرده های پوشاننده ریه ها، قلب و فضای شکم هستند. اکثر کسانی که دچار مزوتلیومای ریوی می شوند، در تماس طولانی با آزبست (پنبه نسوز) قرار داشته اند.

**کاست سه قسمتی:** شامل قسمت اول یا خروجی ، قسمت میانی و قسمت سوم یا ورودی می باشد. قسمت میانی کاست یک Cowl به طول 50 mm می باشد که مخصوص نمونه برداری الیاف آزبست است. در زمان نمونه برداری فقط قطعه Outlet و قطعه میانی مورد استفاده قرار می گیرد.



**فیلتر استر سلولزی:** فیلتر های MCE در مرحله آماده سازی برای آنالیز، می توانند شفاف شوند به طوری که تنها الیاف اختصاصی از طریق میکروسکوپ شمارش شود. این فیلتر روی پد سلولزی حمایتی درون کاست سه قسمتی قرار می گیرد.

**میکروسکوپ فاز – کنتراست :** باتقویت تغییرات در چگالی نمونه، کنتراست را در نمونه رنگ آمیزی نشده افزایش می دهد. مخصوصا برای مطالعه ی سلول های رنگ آمیزی نشده و زنده مفید است.

## 5- روش اجراء

### 5-1 خصوصیات آزبست

- 1- فرمول شیمیایی: سیلیکات های معدنی هیدراته شده
- 2- وزن مولکولی: متفاوت است.
- 3- مترادف و نام های تجاری: آنتیوفیلیت، آزبست آنتوفیلیلیت، کریزوتیل، کراسیدولیت (ریبیک)، ترمولیت، آزبست ترموئیتی، آزیتولیت، اتیلنیت، آزبست اتیونولیت، آموسیت (کومینگتونیت گرانیث)

4- CAS : 1332-21-4

5- RTECS : CI6475000

6- راهنمای شناسه DOT: 2212171 (آبی، قهوه ای) 2590171 (سفید)

7- توصیف فیزیکی: سفید یا سبز (کریزوتیل)، آبی (کروکیدولیت) یا خاکستری- سبز (آموسیت)  
فیبری، جامد بی بو است.

## 5-2 حدود مجاز

| نام ماده شیمیایی                           | ACGIH                                                                             | NIOSH                                       | OSHA                                                 |
|--------------------------------------------|-----------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------|------------------------------------------------------|
| Asbestos<br>الیاف با طول بیش از 5 میکرومتر | کروسیدولیت* 0/2 f/cc<br>آموسیت 0/5 f/cc<br>کریسوتایل و دیگر اشکال<br>آزبست 2 f/cc | 0/1 f/cc<br>با نمونه برداری طبق متد<br>7400 | 0/1 f/cc<br>به طور متوسط در 30 دقیقه<br>نمونه برداری |

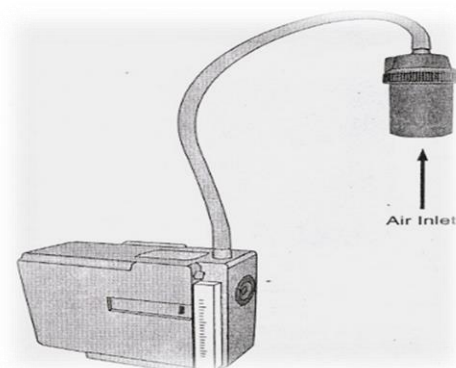
\* f/cc : فیبر در هر سانتی متر مکعب هوا

## 5-3 وسایل و تجهیزات مورد نیاز

- 1- کاست سه قسمتی آزبست با قطعه میانی حدودا ۵۰ میلی متری
- 2- فیلتر غشایی استرسلولزی (MCE): قطر ۲۵ میلی متر، پورسایز ۰/۴۵ تا ۱/۲ میکرون، برای نمونه برداری فردی از فیلتر با پورسایز 0/8 میکرون استفاده می گردد. (در صورت لزوم پد فیلتر قرار داده شود).
- 3- پمپ نمونه بردار فردی که توسط کالیبراتور مناسب کالیبره و در دبی 4 تا 0/5 لیتر بر دقیقه تنظیم شود.
- 4- گیره پلاستیکی، چسب کاغذی
- 5- پارافیلیم
- 6- چاقوی تیغه ای (کاتر)، انبرک، پنس، لاک بیرنگ و سرنگ یک سانتی متر مکعبی
- 7- لام 25×75 میلی متر، لامل 22×22 میلی متر
- 8- دستگاه بخار استون جهت شفاف کردن فیلتر
- 9- سمپلر
- 10- میکروسکوپ نوری فاز کنتراست (PCM) با بزرگنمایی ۴۰۰×
11. گراتیکول والتون- بکت نوع ۲۲-G
12. میکرومتر شیئی با اشل تقسیم بندی 0/01 میلی متر
13. اسلاید HSE/NPL میکروسکوپ جهت تست
14. معرف تری استین به عنوان شفاف کننده
15. فرم جمع آوری داده های آنالیز آزمایشگاه

## 5-4 روش نمونه برداری

- 1- پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- 2- فیلتر نمونه برداری و پد فیلتر (در صورت لزوم) در نگهدارنده گذاشته شده و برچسب زده می شود و قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را برداشته بخش Inlet را جدا نموده و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
- 3- برای نمونه برداری باهدف تعیین مواجهه فردی قاب فیلتر با گیره مخصوص به یقه ی کارگر و در منطقه تنفسی وی متصل می گردد به طوری که دهانه کاست مطابق شکل زیر به سمت پایین باشد.



شکل ۲: نحوه اتصال هولدر نمونه  
برداری Open - face به پمپ

- 4- برای جلوگیری از آلودگی و نیز محکم نگه داشتن کاست نمونه برداری، شیار بین پایه کاست و قطعه میانی با پارافیلیم بسته شود.

5- در هنگام نمونه برداری از منطقه، به خصوص در شرایط رطوبت نسبی کم، برای جلوگیری از الکتریسیته ساکن هر چند وقت یک بار با سیم قطعه میانی را به زمین اتصال می دهیم.

6- عمل نمونه برداری با دبی بین 4 L/min تا 0/5 برای 8 ساعت کار جهت عبور حجم هوای 400 لیتر انجام می شود.

7- زمان بهینه نمونه برداری به دبی، بار الیاف مجاز در هر میلی متر مربع از سطح فیلتر، سطح موثر فیلتر و حدود اندازه گیری بستگی دارد. با تعیین زمان بهینه در نمونه برداری میتوان بهترین حالت بار فیلتر را در نمونه برداری بدست آورد. زمان بهینه نمونه برداری (min) از فرمول زیر محاسبه می شود :

$$t = \frac{AC \times E}{Q \times L \times 10^3}$$

فرمول 1:

|                |                                                                                         |
|----------------|-----------------------------------------------------------------------------------------|
| t              | = زمان نمونه برداری بر حسب دقیقه                                                        |
| E              | = بار مجاز الیاف در هر میلی متر مربع از فیلتر (معمولا 100 تا 1300 در نظر گرفته می شود). |
| A <sub>C</sub> | = سطح موثر فیلتر (معمولا 385mm <sup>2</sup> )                                           |
| Q              | = دبی مدنظر (معمولا 0/5 Lit/min)                                                        |
| L              | = حدود غلظت (نصف حد مجاز )                                                              |

تنظیم زمان نمونه برداری، به منظور ایجاد شرایط بهینه الیاف آزبست بر فیلتر است. در هوای اتمسفر که فقط الیاف آزبست منتشر می شود، دبی 0/5 تا 4 لیتر در دقیقه برای هشت ساعت توصیه شده است. در صورتی که در اتمسفر گرد و غبار باشد، حجم هوای کمتر از 400 لیتر توصیه شده است. در چنین مواقعی باید از محیط کار، نمونه های متوالی تهیه و سپس میانگین نتایج گزارش شود. در هوای تمیز و عاری از گرد و غبار که تراکم الیاف پایین است، باید حجم هوای نمونه برداری 3000 تا 10000 لیتر باشد تا غلظت الیاف آزبست در روی فیلتر شمارش شود. باید دقت نمود که فیلتر بار اضافه نداشته باشد.

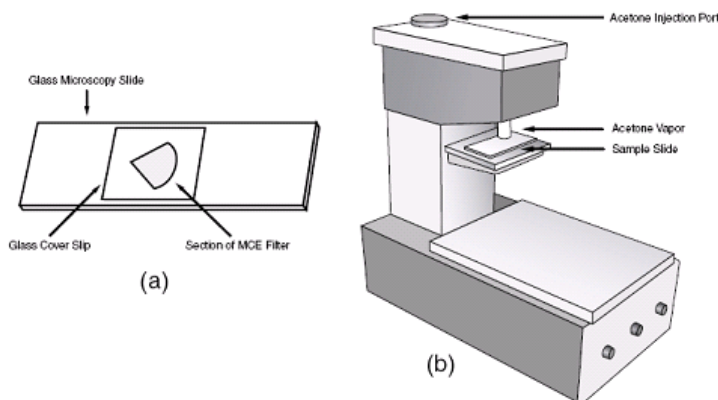
8- همراه با نمونه برداری دو نمونه شاهد نیز تهیه می شود و تمام عملیاتی که در نمونه های اصلی انجام می گیرد؛ بر روی نمونه شاهد نیز انجام شود با این تفاوت که هوا از داخل نمونه شاهد عبور داده نمی شود.

9- در پایان نمونه برداری، درپوش هولدر یا نگهدارنده های فیلتر قرار داده می شود و داخل ظروف حمل نمونه به آزمایشگاه منتقل می شود.

## 5-5 آماده سازی نمونه:

هدف از آماده سازی نمونه، شفاف نمودن فیلتر در سطح لام است، به نحوی که ضریب انکسار نور کمتر یا مساوی  $1/4$  باشد تا نمونه ای با زمینه یکنواخت برای شمارش حاصل گردد. همچنین نگهداری طولانی مدت فیلتر میسر شود و عوامل مداخله به حداقل برسد. بدین منظور:

- 1- شیشه ی لام و لامل کاملاً تمیز شود به طوری که عاری از هرگونه گرد و غبار باشد.
- 2- به کمک کاتر فیلتر 25 میلی متری را به آرامی برش می دهیم. نیمی از فیلتر را به گونه ای روی لام قرار می دهیم که قسمت حاوی نمونه رو به بالا (به سمت خودمان) واقع شود.
- 3- دستگاه تولید بخار استن زیر هود گذاشته و سپس روشن می شود و در دمای  $70^{\circ}\text{C}$  تنظیم می گردد، سپس با استفاده از سمپلر 250 میکرولیتر استون در آن ریخته می شود. لام حاوی فیلتر روی پایه اسلاید زیر لوله خروجی دستگاه گذاشته و پس از 3 تا 5 ثانیه فیلتر کاملاً شفاف می گردد.



(a): بخشی از فیلتر مانت شده  
روی یک اسلاید  
میکروسکوپی

(b): دستگاه بخار استون

- 4- با استفاده از میکروپیت 3 تا  $3/5$  میکرولیتر تری استن روی فیلتر ریخته می شود؛ این امر باعث افزایش ضریب انعکاس می گردد. سپس یک لامل به آرامی بر روی فیلتر گذاشته می شود.
- 5- باید دقت شود که از تشکیل حباب و فشار فزاینده و حرکت شیشه جلوگیری به عمل آید.

- 6- بخش انتهایی فیلتر، با مداد علامت گذاری می شود تا ارزیابی با میکروسکوپ تسهیل گردد.
- 7- لبه های لامل به کمک لاک بی رنگ به لام چسباندن می شود پس از 15 دقیقه فیلتر آماده شمارش الیاف می شود.

## 6- کالیبراسیون و کنترل کیفی:

**نحوه کالیبراسیون گراتیکول:** میکروسکوپ را روشن کنید و مطمئن شوید که گراتیکول والتون – بکت داخل عدسی چشمی قرار گرفته است.

میکروسکوپ را روی بزرگنمایی  $400\times$  تنظیم کنید، برای اطمینان از اینکه حلقه های فاز فوکوس هستند، عدسی چشمی واریسی شود و از دستورالعمل سازنده در این زمینه پیروی کنید.

میکرومتر را روی صفحه میکروسکوپ قرار دهید و فوکوس نمایید.

در حین نگاه کردن از میان عدسی چشمی، لبه جانبی دایره گراتیکول را با میکرومتر علامت گذاری کنید. (هر علامت برابر 10 میکرومتر است). با میکرومتر قطر میدان گراتیکول والتون – بکت (D) را اندازه گیری نمایید. قطر بایستی معادل با  $100 \pm 2 \mu m$  باشد؛ با تقسیم بر  $10^3$  برای میکرومتر به میلی متر تبدیل می گردد.

$$(100 \mu m = 0.1 mm)$$

سطح میدان گراتیکول (A) که بایستی تقریباً برابر  $0.00785 mm^2$  باشد را به این طریق محاسبه می کنیم.

$$A = \pi \left( \frac{D}{2} \right)^2 = \pi \left( \frac{0.1 mm}{2} \right)^2 = 0.00785 mm^2$$

میکروسکوپ باید مطابق دستورالعمل شرکت سازنده تنظیم گردد و دقت شود که فاز حلقوی در بخش چشمی میکروسکوپ متمرکز باشد. در مرحله بعد گراتیکول والتون بکت باید کاملاً تمیز شود و در قسمت چشمی میکروسکوپ گذاشته شود. در هر بار یک نمونه به صورت ذیل تست می گردد:

منبع روشنایی میکروسکوپ تنظیم می شود و نمونه ای در قسمت شیئی میکروسکوپ قرار می گیرد. در صورت رؤیت ذرات، میکروسکوپ برای شمارش تنظیم شده است. حالت فاز کنتراست میکروسکوپ بدین صورت تست می گردد که اسلاید HSE/NPL در زیر میکروسکوپ قرار می گیرد. در صورت رؤیت خطوط شیار حالت کنتراست برقرار شده است.

## شمارش ذرات:

- 1- میکروسکوپ تنظیم می شود و با استفاده از HSE/NPL حداقل قطر الیاف تعیین می گردد.
- 2- الیافی که طول بزرگتر از 5 میکرون دارند، شمارش می گردند.
- 3- الیاف کوچک تر از 5 میکرون که نسبت طول به پهنای آن ها برابر یا بزرگتر از 3 باشند، شمارش می شوند.
- 4- در صورتی که الیاف در مرکز گراتیکول باشند، اگر نصف آن ها داخل گراتیکول باشند شمرده می شوند، در غیر این صورت در شمارش به حساب نمی آیند. تنها، الیاف داخل گراتیکول شمرده می شوند.
- 5- در صورتی که توده ای از الیاف متصل یا متقاطع، دسته الیاف (Bundles of fiber) را تشکیل دهد یک لیف محسوب می شود.
- 6- شمارش تا حداکثر 100 لیف و حداقل 20 میدان ادامه داده می شود و حداکثر صد میدان را صرف نظر از رسیدن به تعداد خاصی لیف شمارش کنید.
- 7- شمارش از نوک هرم فیلتر شروع می شود و در طول خط شعاعی به طرف لبه ی بیرونی پیش می رود. به همین طریق روی فیلتر بالا یا پایین می رود و سپس شمارش در جهت عکس ادامه می یابد. میدان ها، تصادفی انتخاب می شود. در حالی که در چشمی میکروسکوپ، ذرات روی فیلتر مشاهده می گردد، صفحه مکانیکی آهسته جلو برده و میدان ها در نظر گرفته می شوند. چنانچه در حین شمارش به چسبندگی یا حباب برخورد شودف که تقریباً بیش از یک ششم میدان باشد، باید رها شود و میدان دیگری برای شمارش در نظر گرفته شود.
- 8- شمارش های صورت گرفته را باید در برگه ای ثبت نمود.
- 9- شمارش های الیاف بالای 1300 لیف در میلی متر مربع و شمارش الیاف نمونه های که به مقدار 50٪ سطح فیلتر با ذرات پوشش داده شده بایستی به عنوان « غیر قابل شمارش (uncountable) » یا « احتمالاً تورش دار (probably biased) » گزارش شود. شمارش الیاف خارج از محدوده 100 الی 1300 لیف در میلی متر مربع به عنوان داشتن « بزرگتر از تغییر پذیری بهینه (greater than optimal variability) » و به عنوان « احتمالاً تورش دار » باید گزارش نمود.
- 10- با استفاده از روش فوق نمی توان الیاف را به طور افتراقی تعیین نمود. این روش فقط برای شمارش الیاف به صورت کلی استفاده می شود. در شرایط معینی امکان دارد نیروی الکترواستاتیکی در نمونه برداری الیاف تاثیر بگذارد، این اثرات الکترواستاتیکی بیشتر زمانی احتمال وقوع دارد که رطوبت نسبی پایین باشد و نمونه برداری نزدیک منبع آئروسول انجام گیرد. در نتیجه ی این عمل، الیاف در مرکز بیشتر و در لبه ها کمتر تجمع می یابند؛ چنانچه چنین مسئله ای در طول شمارش پیش آید، میدان هایی برای شمارش انتخاب می گردد که حتی الامکان نزدیک مرکز فیلتر باشد.

## محاسبه و گزارش نهایی:

1- دانسیته ی سطحی الیاف در فیلتر با فرمول زیر محاسبه می گردد:

$$E = \frac{\left(\frac{f}{nf} - \frac{B}{nb}\right)}{Af}$$

|    |                                                                       |
|----|-----------------------------------------------------------------------|
| E  | : دانسیته ی سطحی الیاف در فیلتر برحسب تعداد لیف در هر mm <sup>2</sup> |
| f  | : مجموع الیاف شمارش شده در کل میدان های نمونه اصلی                    |
| nf | : تعداد میدان ها در نمونه اصلی                                        |
| B  | : مجموع الیاف شمارش شده در کل میدان های نمونه شاهد                    |
| nb | : تعداد میدان ها در نمونه شاهد                                        |
| Af | : مساحت گراتیکول (تقریباً 0/785 mm <sup>2</sup> )                     |

در صورتی که تراکم الیاف بیشتر از 1300 در هر mm<sup>2</sup> باشد یا 50٪ سطح فیلتر از ذرات پوشیده شده باشد، نمونه اعتبار نخواهد داشت.

2- غلظت الیاف در هر cm<sup>3</sup> حجم هوا از طریق فرمول زیر محاسبه می گردد.

$$C = \frac{(E)(A_C)}{V \times 10^3}$$

|                |                                                                                |
|----------------|--------------------------------------------------------------------------------|
| A <sub>C</sub> | : مساحت فیلتر برحسب mm <sup>2</sup> (در فیلتر 25mm معادل 385 mm <sup>2</sup> ) |
| E              | : دانسیته سطحی الیاف در فیلتر که از فرمول قبل محاسبه می گردد.                  |
| V              | : حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر                                        |

3- محاسبه میانگین وزنی زمانی 8 ساعته (TWA-8 hr): با توجه به تعداد نمونه هوایی که از منطقه تنفسی

هریک از از کارگران جمع آوری شده است. غلظت الیاف بر حسب لیف در میلی لیتر هوا به صورت

Time – Weighted Average (TWA) در کل مدت زمان نمونه برداری از طریق فرمول قابل محاسبه

است. برای محاسبه TWA میانگین کلیه اندازه گیری ها برای 8 ساعت فرض شده است.

$$TWA = \frac{\sum C_i \times T_i}{60min}$$

|                |                                                                       |
|----------------|-----------------------------------------------------------------------|
| C <sub>i</sub> | : میانگین غلظت الیاف هوا بر حسب لیف در میلی لیتر (f/ml) برای هر نمونه |
| T <sub>i</sub> | : طول مدت نمونه برداری بر حسب دقیقه برای هر نمونه                     |

|                                                                                   |                                                                                                 |                                                                                                              |
|-----------------------------------------------------------------------------------|-------------------------------------------------------------------------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|  | <p>دستورالعمل درس تجزیه آلاینده های هوا در<br/>آزمایشگاه<br/>شناسایی عوامل شیمیایی محیط کار</p> | <p>تهیه کننده : دانشگاه علوم<br/>پزشکی بم- دانشکده بهداشت<br/>گروه مهندسی بهداشت حرفه<br/>ای و ایمنی کار</p> |
| <p>نمونه برداری، آماده سازی و آنالیز سیلیس طبق روش NIOSH</p>                      |                                                                                                 | <p>تاریخ بازنگری: تیرماه 1401</p>                                                                            |

جلسه پنجم:



## 1- مقدمه

سیلیس یا اکسید سیلیسیم با فرمول شیمیایی  $\text{SiO}_2$  فراوان‌ترین ترکیب اکسیدی موجود در پوسته زمین است. سیلیس در طبیعت به صورت آزاد و یا به صورت ترکیب با سایر اکسیدها وجود دارد. سیلیس مصرفی در هر صنعت باید کیفیت خاصی داشته باشد. ترکیب شیمیایی، ساختمان کانی شناسی و خواص فیزیکی سیلیس، تعیین کننده کیفیت و موارد مصرف آن در هر صنعت می باشند. ترکیب شیمیایی سیلیس در واقع عبارت است از درصد  $\text{SiO}_2$  موجود در سنگ و نیز درصد هریک از اکسیدهای دیگر که معمولاً به همراه  $\text{SiO}_2$  در کانسارهای مختلف وجود دارند و در صورتی که درصد هر یک از آنها از حد معینی تجاوز نماید، کاربرد آن را در صنایع مختلف محدود و یا غیر ممکن می سازد. علاوه بر درصد  $\text{SiO}_2$ ، ساختمان کانی شناسی سنگ نیز در تعیین کیفیت و موارد مصرف آن نقش مهمی دارد زیرا ممکن است  $\text{SiO}_2$  به صورت انواع سیلیکات ها وجود داشته باشد، در نتیجه این مسئله در تعیین روش کانه آرائی و چگونگی حذف ناخالصی ها تأثیر خواهد داشت. خواص فیزیکی سیلیس نیز در همین روش مناسب برای خردایش، دانه بندی پودر سیلیس تولید شده و تعیین موارد مصرف پودر تولید شده تأثیر خواهند داشت.

به طور کلی موارد مصرف سیلیس  $\text{SiO}_2$  عبارتند از: شیشه سازی، چینی سازی، تولید فروسیلیس، سرامیک سازی، تولید آجر ماسه آهکی، ریخته گری، تولید سیلیکات سدیم، تولید دیگر مواد سیلیسی، به عنوان نیمه هادی در صنعت الکترونیک و تولید پشم شیشه.

استنشاق طولانی مدت ذرات سیلیس بعد از مدت زمان طولانی و گاه چندین دهه باعث ایجاد پنوموکونیوزیس مزمن، ندولار و فیبروتیک می گردد که شروع بطنی و پیشرونده دارد و بعد از مواجهه شدید باعث مرگ می گردد. واکنش فیبروتیک علت استفاده از اصطلاح سیلیکوزیس است. اصطلاح سیلیکوزیس به بیماری مزمن اشاره می کند؛ سیر معمول بیماری ممکن است به صورت ناگهانی و به دنبال ابتلاء به سل، حدود 10 تا 30 برابر بدتر شده، باعث مرگ زودرس گردد.

## 2- هدف

هدف از این روش آشنایی دانشجویان با روش نمونه برداری سیلیس و آماده سازی نمونه و تهیه محلول های استاندارد و کاربردی و آنالیز با دستگاه اسپکتروفتومتری می باشد.

### 3- دامنه کاربرد

انجام نمونه برداری، آماده سازی نمونه، تهیه محلول های مورد نیاز و آنالیز دستگاهی در حوزه های تعیین شده طبق سرفصل درس نمونه برداری و تجزیه، دانشجویان مهندسی بهداشت حرفه ای و ایمنی کار، جهت شناسایی و انجام روش های نمونه برداری و تجزیه در آزمایشگاه شیمیایی دانشکده بهداشت کاربرد دارد.

### 4- تعاریف و اصطلاحات

**سیلیکوزیس:** استنشاق طولانی مدت ذرات سیلیس کریستالی منجر به بیماری سیلیکوزیس می شود. که طی آن ریه ها دچار فیبروز می شوند همچنین سیلیکوزیس باعث اختلالات کوتاه تنفسی و نقص عملکرد ریوی شده و به سه نوع مزمن، حاد و تحت حاد روی می دهد.

**پنوموکونیوزیس:** یک بیماری ریوی است که بر اثر برخی ذرات گرد و غبار که اغلب در محیط های کار وجود دارند، ایجاد می شود. علایم پنوموکونیوزیس شامل دشواری تنفس و سرفه است.

**دستگاه اسپکتروفتومتر مرئی - ماوراء بنفش یا (UV/VIS):** از تجهیزات آنالیتیکال آزمایشگاهی است که از برهمکنش بین نور و ماده جهت آنالیز مواد استفاده می کند. مهم ترین کاربرد دستگاه طیف سنج اسپکتروفتومتر در شناسائی و مقدار سنجی مواد و ترکیبات مولکولی با استفاده از خاصیت جذب مولکولی نور توسط ماده آنالیت می باشد.

### 5- روش اجراء

#### 5-1 خصوصیات سیلیس

8- فرمول شیمیایی:  $\text{SiO}_2$

9- وزن مولکولی: 60/08

10- CAS: 14808-60-7 (quartz) 14464-46-1 (cristobalite) 15468-32-3 (tridymite)

11- RTECS: VV7330000 (quartz) VV7325000 (cristobalite) VV7335000 (tridymite)

12- ویژگی ها: ماده جامد پودری سفید (در حالت خالص)، شکل بلوری کوارتز، نقطه ذوب 1650 درجه

سلسیوس؛ دمای جوش 2230 درجه سلسیوس

## 5-2 حدود مجاز

| نام ماده شیمیایی | ACGIH                   | NIOSH                  | OSHA                   |
|------------------|-------------------------|------------------------|------------------------|
| SiO <sub>2</sub> | 0/025 mg/m <sup>3</sup> | 0/05 mg/m <sup>3</sup> | 0/01 mg/m <sup>3</sup> |

## 5-3 مواد و محلول های مورد نیاز

- 1- پودر کوارتز: دارای درجه خلوص 60٪ برای ساخت محلول های استاندارد
- 2- هیدروفلوریک اسید (HF) 48٪
- 3- ارتوفسفوریک اسید (H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>) 85٪
- 4- آب خالص و فاقد سیلیس: از آب دیونیزه ذخیره شده در ظروف پلی اتیلنی استفاده می شود.
- 5- سولفوریک اسید (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) 10 نرمال: با حفظ احتیاط 555 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را در 1/3 لیتر آب دیونیزه حل کرده و خنک می کنیم. سپس آن را با آب دیونیزه به حجم 2 لیتر می رسانیم.
- 6- اسید نیتریک غلیظ
- 7- محلول اسید بوریک 5٪: 200 گرم اسید بوریک را در 4 لیتر آب دیونیزه گرم ریخته و منتظر می مانیم تا سرد شود. سپس آن را از یک فیلتر ممبران 0/45 میکرومتر عبور داده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری می کنیم.
- 8- شناساگر مولیبدات: 50 گرم آمونیوم تترا هیدرات را در حدود 400 میلی لیتر آب دیونیزه حل می کنیم. سپس 50 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به آن افزوده شده و منتظر می مانیم تا خنک شود. سپس آن را تا 500 میلی لیتر رقیق کرده و در جای تاریک نگهداری می کنیم.
- 9- محلول کاهنده: 9 گرم بی سولفیت سدیم را در 80 میلی لیتر آب دیونیزه حل می کنیم. در 10 میلی لیتر آب دیونیزه 0/7 گرم سولفیت سدیم بی آب و 0/15 گرم 1-آمینو-2-نفتول-4-سولفونیک اسید به ترتیب حل می شود. این دو محلول ترکیب شده و با آب دیونیزه تا 100 میلی لیتر رقیق می گردد. اگر این محلول در یخچال نگه داری شود تا یک ماه قابل استفاده است.
- 10- استاندارد استوک سیلیس 0/5 mg/ml: برای تهیه آن 250 میلی گرم کوارتز را در 10 میلی لیتر هیدروفلوریک اسید 48٪ حل کرده و با آب دیونیزه به حجم 500 میلی لیتر رسانده و در ظرف پلی اتیلنی نگهداری می کنیم.

## 4-5 وسایل و تجهیزات مورد نیاز

- 1- نمونه گیر
- 2- فیلتر استر سلولز غشایی با پورسایز 0/8 میکرومتر و قطر 37 میلی متر همراه با پد نگهدارنده فیلتر
- 3- سیکلون 10 میلی متر نایلونی
- 4- نگهدارنده فیلتر و سیکلون
- 5- فیلتر PVC با پورسایز 5 میکرون جهت نمونه برداری از مجموع ذرات
- 6- ترازوی دیجیتال با دقت توزین ۰/۰۰۱ گرم
- 7- پمپ نمونه برداری فردی با دبی 1 تا 5 لیتر در دقیقه
- 8- فلومتر حباب صابون جهت کالیبره نمودن پمپ نمونه برداری فردی
- 9- هیتر 550 واتی شش خانه ای
- 10- کرنومتر
- 11- بشرهای فیلیپس، شیشه بوروسیلیکات 250 میلی لیتری همراه با قیف، سرپوش و میله رختی
- 12- دستگاه فیلتراسیون همراه با فیلترهای ممبران با پورسایز 0/45 میکرومتر و قطر 47 میلی متر، قیف فیلتر
- 13- بورت پلی پروپیلن 10 میلی لیتری
- 14- استوانه مدرج از 10 تا 25 میلی لیتر و نوع پلی اتیلنی با اندازه 5 تا 25 میلی لیتری
- 15- حمام آب گرم با دمای 40 درجه سانتیگراد
- 16- اسپکتروفوتومتر مدل UV2100PC تنظیم شده در طول موج 420 و 820 نانومتر و کووت های 1 سانتی متری

## 5-5 روش نمونه برداری

- 1- پمپ های نمونه برداری فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
- 2- فیلتر نمونه برداری در نگهدارنده گذاشته می شود و قبل از نمونه برداری درپوش دو طرف نمونه بردار را برداشته و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.

3- عمل نمونه برداری با سیکلون نایلونی در دبی مشخص بین  $1/7 \pm 5\% \text{ L/min}$  برای عبور حجم هوای 400 تا 800 لیتر انجام می شود. (در حین عمل نمونه برداری نباید سیکلون را وارونه نمود چون باعث ریختن ذرات بر سطح فیلتر می گردد).

4- چنانچه هدف نمونه برداری فردی است، وسیله نمونه گیر به یقه کارگر و در مجاورت دستگاه تنفس وی وصل می گردد.

5- نمونه ای به عنوان نمونه شاهد انتخاب می شود و همه ی عملیاتی که بر روی نمونه اصلی انجام می گیرد، بر روی نمونه شاهد نیز انجام می شود با این تفاوت که هوا از روی آن عبور داده نمی شود.

نکته: در این روش، فیلترهای نمونه برداری و شاهد در قبل و بعد از نمونه برداری توسط ترازوی دیجیتالی توزین می شوند. در هنگام توزین فیلترها رعایت نکات زیر الزامی است:

- صفر نمودن ترازو قبل از هر توزین.
- کالیبره نمودن ترازو قبل از توزین.
- جلوگیری از ایجاد بار الکتریکی در هنگام توزین به منظور پیشگیری از مزاحمت های احتمالی.
- توزین حداقل دو بار فیلترها برای دقت بیشتر.

لازم بذکر است بمنظور رفع تاثیر رطوبت بر نتیجه کار و محاسبه وزن حقیقی فیلترهای بکار برده شده، از فرمول مورد استفاده قرار گرفته است:

$$w = (w_2 - w_1) - (w'_2 - w'_1)$$

فرمول 1:

|        |                                                       |
|--------|-------------------------------------------------------|
| $W$    | = وزن گرد و غبار سیلیس روی فیلتر بر حسب میلی گرم      |
| $W_2$  | = وزن فیلتر نمونه بعد از نمونه برداری بر حسب میلی گرم |
| $W_1$  | = وزن فیلتر نمونه قبل از نمونه برداری بر حسب میلی گرم |
| $W'_2$ | = وزن فیلتر شاهد بعد از نمونه برداری بر حسب میلی گرم  |
| $W'_1$ | = وزن فیلتر شاهد قبل از نمونه برداری بر حسب میلی گرم  |

تصحیح حجم هوای نمونه برداری شده به حجم در شرایط استاندارد:

بدلیل مغایرت شرایط محیطی از نظر دما و فشار با شرایط استاندارد ( دما 25 درجه سانتی گراد و فشار 760 میلیمتر جیوه ) در مکان کالیبره نمودن پمپ نمونه برداری و مکان برداری، حجم هوای نمونه برداری شده در شرایط استاندارد رد طبق فرمول زیر تصحیح گردیده است.

$$V_{stp} = V_{measured} \times \frac{P_{bar} - P_w}{760} \times \frac{298}{273 + t}$$

فرمول 2 :

|           |   |                                                       |
|-----------|---|-------------------------------------------------------|
| $V_{stp}$ | = | حجم هوا در شرایط استاندارد بر حسب لیتر                |
| $V_{mes}$ | = | حجم هوای نمونه برداری بر حسب لیتر                     |
| $P_{bar}$ | = | فشار بارومتریک بر حسب میلی متر جیوه                   |
| $P_w$     | = | فشار بخار آب اشباع شده در دمای t بر حسب میلی متر جیوه |
| t         | = | دمای محیط بر حسب درجه سانتی گراد                      |

## 5-6 آماده سازی نمونه

- 1- نمونه را وزن کرده، اگر وزن فیلتر از 2/5 میلی گرم بیشتر باشد نمونه بی اعتبار است. نمونه ها را در یک بشر 250 سی سی توسط پنس قرار می دهیم، سپس 3-4 سی سی اسیدنیتریک غلیظ به آن اضافه نموده و آن را روی حرارت قرار داده تا فیوم های قهوه ای از آن خارج گردد.
- 2- بعد از این مرحله هر بار 2 سی سی به بشر از اسید نیتریک اضافه کرده و می گذاریم محلول بجوشد تا کاملاً مایع ته بشر بی رنگ شود.
- 3- 25 سی سی از اسید فسفریک 85٪ به بشر اضافه کرده، بر روی بشر یک قیف به صورت وارونه قرار داده به طوری که لبه های قیف بر روی دیواره بشر قرار گیرد، سپس روی اجاق مجدداً قرار می دهیم.
- 4- اجاق 550 وات را زیر هود مخصوص فیوم قرار داده درجه حرارت را روی 240 درجه تنظیم می کنیم، آنگاه نمونه را به مدت 8 دقیقه بر روی حرارت قرار داده و سپس در حالیکه نمونه روی اجاق است آن را تکان می دهیم.

- 5- بشر را از روی اجاق برداشته به مدت 1 دقیقه تکان می دهیم. بعد از خنک شدن 125 سی سی از آب دیونیزه به آن اضافه کرده تا کاملاً مخلوط گردد.
- 6- نمونه را با فیلتر 47 میلی متری واتمن بکت توسط دستگاه فیلتراسیون صاف می کنیم. جهت اطمینان از انتقال کل سیلیس به فیلتر بشر را با محلول اسید کلریک ساخته شده شستشو می دهیم و به فیلتر منتقل می کنیم.
- 7- فیلتر 47 میلی متری را با پنس برداشته به آرامی به ته ظرف پلی اتیلنی قرار می دهیم و سپس 0/5 سی سی از اسید فلوئوریک 48٪ به آن می افزاییم و 30 دقیقه آن را راکد رها می کنیم.
- 8- 25 سی سی آب دی یونیزه در نمونه ها اضافه می کنیم.
- 9- 50 سی سی اسید بوریک به آن اضافه کنیم و آنرا خوب بهم می زنیم. و آن را در 40 درجه سانتیگراد برای مدت 10 دقیقه در حمام آب گرم قرار می دهیم.
- 10- سی سی محلول مولیبدات به آن اضافه می کنیم .
- 11- دقیقاً بعد از 20 دقیقه به آن 20 سی سی از اسید سولفوریک 10 نرمال اضافه کرده و کامل هم می زنیم.
- 12- حالا به رنگ محلول دقت می کنیم، اگر به رنگ زرد درآمد آنرا در طول موج 420 نانومتر می خوانیم ولی اگر بی رنگ می شود به آن 1 سی سی از 1-آمینو-2-نفتول-4-سولفونیک اسید اضافه می کنیم. بخوبی بهم زده و بعد از 20 دقیقه آنرا در طول موج 820 نانومتر می خوانیم. ضمن اینکه آب دی یونیزه صفر کننده دستگاه است.
- 13- در ادامه مقادیر جذب هر نمونه را قرائت نموده و با مقایسه با منحنی استاندارد غلظت بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر در هر نمونه تعیین می گردد که با توجه به حجم کلی نمونه مقادیر سیلیس کریستالی بر حسب میکروگرم محاسبه می گردد.

## 5-7 تهیه محلول استاندارد

در لوله های پلی اتیلنی 50 ml، از محلول استاندارد استوک سیلیس کریستالی محلول های حاوی 1، 1/5، 2، 2/5 و 3 میلی گرم سیلیس کریستالی ساخته شد. به هر لوله پلی اتیلنی 15 CC اسید بوریک 5٪ افزوده می شود. هر لوله به مدت 10 دقیقه در حمام آب جوش بن ماری گذاشته می شود. به هر لوله 50 میکرولیتر شناساگر 1 سیلیسیوم افزوده و در لوله بسته می شود. و پس از هم زدن به مدت 3 دقیقه رها می شود. سپس به هر لوله 50 میکرولیتر شناساگر 2 سیلیسیوم افزوده و در لوله بسته می شود و به آرامی تکان داده می شود. همچنین به هر لوله 50 میکرولیتر شناساگر 3 سیلیسیوم افزوده و در لوله بسته می شود و پس از هم زدن به مدت 10 دقیقه رها می شود. جذب دستگاه اسپکتروفتومتر روی طول موج 820 نانومتر با شاهد تنظیم می شود و جذب هر

نمونه خوانده و ثبت می شود. این کار برای سایر محلول ها نیز تکرار می شود و بر اساس داده های به دست آمده منحنی کالیبراسیون رسم می شود.

## 5-8: روش تجزیه و محاسبات

1- تعیین غلظت سیلیس کریستالی در نمونه ها که از طریق فرمول زیر محاسبه می شود:

فرمول 3 :

که در آن C غلظت سیلیس کریستالی بر حسب  $\text{mg/m}^3$ ، A میزان جذب در نمونه اصلی، B میزان جذب در نمونه شاهد، m شیب منحنی کالیبراسیون و V حجم تصحیح شده ی هوای نمونه برداری بر حسب لیتر است.

1. تعیین میانگین وزنی زمانی مواجهه کارگران با گردوغبار قابل استنشاق و سیلیس کریستالی برای تعیین میزان مواجهه فردی با گردو غبار قابل استنشاق و سیلیس کریستالی میانگین وزنی-زمانی غلظت آلاینده در هوای محیط کار از رابطه زیر محاسبه می شود:

$$C = \frac{(A - B)}{m \cdot V} \quad \text{فرمول 4 :}$$

$$TWA = \frac{C_1 T_1 + C_2 T_2 + \dots + C_n T_n}{\sum T}$$

در این رابطه TWA میانگین وزنی-زمانی تراکم سیلیس کریستالی یا گردو غبار قابل استنشاق بر حسب  $\text{mg/m}^3$ ،  $C_1$  و  $C_2$  تراکم اندازه گیری شده آلاینده در زمان مواجهه ( $\text{mg/m}^3$ ) و  $T_1$  و  $T_2$  مدت زمان های مواجهه بر حسب ساعت است.

از آنجایی که کارگران تخریب ساختمان در شیفت های 10 ساعته مشغول به کار می باشند و مقادیر حد مجاز شغلی برای 8 ساعت کار روزانه و به صورت 8-hours TLV ارائه می شود، بنابراین مقدار حد مجاز باید بر اساس

ساعات کار روزانه پرسنل تعدیل شود که این کار از طریق رابطه ی زیر بر اساس مدل Brief & Scala صورت می گیرد. فرمول 5:

$$Adjusted\ WES\_TLV = \frac{8 \times (24 - h) \times WES\_TLV}{16 \times h}$$

که در این رابطه h ساعات کاری در روز و WES\_TLV حد مجاز مواجهه شغلی 8 ساعته است.