

Instrukcja do ćwiczenia
Oznaczanie zawartości siarkowodoru w powietrzu

a) Aparatura

- ⇒ zestaw do poboru prób powietrza umożliwiający zasysanie próbki z prędkością ok. $1\text{ dm}^3/\text{min}$ (np. aspirator „Rotametr”),
- ⇒ kolby miarowe o pojemności: 10, 100, 500 i 1000 cm^3 ,
- ⇒ kolba stożkowa z korkiem szlifowanym o pojemności 300 cm^3 ,
- ⇒ biureta o pojemności 25 cm^3 z podziałką $0,1\text{ cm}^3$,
- ⇒ zestaw pipet wielowymiarowych i jednomiarowych,
- ⇒ butelki z korkami szlifowanymi do przechowywania odczynników o pojemności 100, 250, 500, 1000 cm^3 ,
- ⇒ spektrofotometr umożliwiający pomiar przy długości 670 nm ,

b) Odczynniki

należy stosować odczynniki cz.d.a. i wodę (redestylowaną)

- ⇒ 1% roztwór octanu cynku - roztwór pochłaniający,
- ⇒ kwas siarkowy stężony - ciężar właściwy $1,84\text{ g/cm}^3$
- ⇒ kwas siarkowy - roztwór 1:1
- ⇒ chlorek p-aminodimetyloaniliny,
- ⇒ chlorek żelazowy,
- ⇒ 0,1 N roztwór tiosiarczanu sodowego,
- ⇒ 0,1 N roztwór jodu,
- ⇒ kwas solny 5%,
- ⇒ skrobia rozpuszczalna,
- ⇒ uwodniony siarczek sodu $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$

c) Roztwory

- ⇒ Roztwór podstawowy paraaminodimetyloaniliny. Do 6 cm^3 wody dodać 10 cm^3 stężonego H_2SO_4 , rozpuścić w tym roztworze 2,4 g chlorowodoru paraaminodimetyloaniliny i dopełnić wodą do 100 cm^3 . Powstał roztwór o zabarwieniu lekko brązowym. Roztwór przechowywany w chłodnym miejscu i ciemnym naczyniu szklanym jest trwały.
- ⇒ Roztwór roboczy paraaminodimetyloaniliny. $12,5\text{ cm}^3$ roztworu podstawowego rozcieńczyć do objętości 500 cm^3 roztworem H_2SO_4 1:1.
- ⇒ Roztwór chlorku żelazowego 8%.
- ⇒ Roztwór wzorcowy podstawowy siarczku sodowego - wzorzec H_2S . Norma proponuje przygotowanie roztworu przez wysycenie 0,1 N roztworu NaOH siarkowodorem powstałym w wyniku rozkładu pirytu pod wpływem kwasu siarkowego 1:1, a następnie oznaczenie jodometryczne zawartości jonu siarczкового. Roztwór Na_2S przygotować przez rozpuszczenie 7g $\text{Na}_2\text{S}\cdot 9\text{H}_2\text{O}$ w 1 dm^3 wody. Zawartość jonu siarczkowego w otrzymanym roztworze oznaczyć jodometrycznie. W tym celu do kolby stożkowej zamykanej korkiem ze szlifem odmierzyć 2 cm^3 0,1 N roztworu jodu, 5 cm^3 5% roztworu kwasu solnego oraz $2-5\text{ cm}^3$ (w zależności od stężenia) roztworu siarczku sodowego. Wydzielony jod odmiareczkować 0,1 N roztworem tiosiarczanu sodowego w obecności skrobi. 1 cm^3 0,1 N roztworu jodu odpowiada $1,704\text{ mg H}_2\text{S}$.
- ⇒ Roztwór wzorcowy roboczy jonów siarczkowych. Przez odpowiednie rozcieńczenie przygotować roztwór, którego 1 cm^3 zawiera $0,01\text{ mg H}_2\text{S}$.

d) Przygotowanie skali wzorców i sporządzenie krzywej wzorcowej

Do kolb miarowych o pojemności 10 cm³ każdej zawierającej po 5 cm³ octanu cynku dodać następujące ilości roztworu wzorcowego roboczego: 0,0; 0,25; 0,5; 0,75; 1,0; 1,25; 1,5 cm³, co odpowiada 0,0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 12,5; 15,0 µg H₂S. Następnie za każdym razem mieszając dodać po 0,6 cm³ roztworu roboczego p-minodimetyloaniliny i po 0,1 cm³ roztworu chlorku żelazowego. Probówki zamknąć korkiem i odstawić na 20 min. W probówkach pojawiło się błękitne zabarwienie z intensywnością wzrastającą wraz ze wzrostem stężenia jonu siarczkowego w poszczególnych probówkach. Po 20 minutach probówki dopełnić wodą do objętości 10 cm³. Zmierzyć absorbancję (transmitancję) każdego roztworu przy długości fali 670 nm. Otrzymane wyniki przedstawić w tabeli oraz sporządzić krzywą wzorcową $T=f(C_{H_2S})$ oraz $A=f(C_{H_2S})$

Lp.	H ₂ S [µg]	T [%]	A
1	0,0	100	0
2	2,5		
3	5,0		
4	7,5		
5	10,0		
6	12,5		
7	15,0		

e) Pobór prób

Próbki pobrać za pomocą zestawu aspiracyjnego (aspirator typ AMZ -1), przez dwie szeregowo połączone płuczki zawierające po 10 cm³ octanu cynku (wykonujemy pobór 30 min)

f) Oznaczanie stężenia

Odmierzyć po 5 cm³ roztworu do kolb miarowych (10cm³). Za każdym razem mieszając dodać po 0,6 cm³ roztworu roboczego paraaminodimetyloaniliny i po 0,1 cm³ roztworu chlorku żelazowego. Probówki zamknąć korkiem i po upływie 20 min. dopełnić wodą do objętości 10 cm³. Zmierzyć transmitancję i absorbancję przy długości fali 670 nm. Z krzywej wzorcowej odczytać zawartość siarkowodoru (µg) w próbkach

g) Obliczenia

Stężenie siarkowodoru w powietrzu atmosferycznym c [µg/m³] obliczyć:

$$c = 2m_1 + 2m_2 / V$$

2 - współczynnik przeliczeniowy objętości próbki,

m_1 - zawartość siarkowodoru w pierwszej płuczce, [µg]

m_2 - zawartość siarkowodoru w drugiej płuczce, [µg]

V - objętość pobranego powietrza, [m³]

Wyniki zestawień w tabeli.

Pomiar	Pogoda	Stężenie [µg/m ³]	Średnio [µg/m ³]
1	np. Duże zachmurzenie, t=16° C		
2			
3			
4			
5			