|  |  |
| --- | --- |
| **مولیبدن** | **molybdenum** |
| **نماد شیمیایی**: Mo**وزن اتمی**: 94/95 | **CAS** : 7439-98-7**RTECS** : QA4680000 |
| **ویژگی ها**: جامد؛ نقطه ذوب ˚c 651 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:5 mg/m3 (soluble), 15 mg/m3 (total insoluble) **NIOSH**: 5 mg/m3 (soluble), 10 mg/m3 (insoluble) **ACGIH**: 5 mg/m3 (soluble), 10 mg/m3 (insoluble)  |
| **احتیاطات ویژه**: اسیدهای غلیظ اکسید کننده های قوی و مایعات خورنده و سمی هستند. هنگام استفاده از آنها از لباس و دستکش حفاظتی استفاده کرده و در زیر هود با آن کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اسید نیتریک (HNO3) غلیظ، با خلوص بالا
2. هیدروکلریک اسید (HCl) غلیظ، با خلوص بالا
3. اسید Ashing : با درصد حجمی 1 (HNO3) به 3 (HCl)؛ 1 واحد حجمی از اسید نیتریک غلیظ را با 3 واحد حجمی از هیدروکلریک اسید غلیظ ترکیب کنید.
4. محلول های استوک کالیبراسیون، µg/mL 1000. این محلول ها در بازار موجود می باشند، همچنین می توان آن را براساس دستور کمپانی سازنده در آزمایشگاه آماده کرد (مرحله 1 آماده سازی)
5. اسید رقیق؛ 1% HNO3 ، 3% HCl. 50 میلی لیتر از اسید Ashing را به 600 میلی لیتر آب اضافه کنید. سپس آن را تا حجم 1 لیتر رقیق کنید.
6. آرگون
7. آب مقطر دیونیزه شده
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر سلولز استر غشایی با پور سایز µm 8/0 ؛ یا فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) با پور سایز µm 5/0 ؛ قطر 37 میلی متر ؛ در کاست نگهدارنده فیلتر
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 4 – 1 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. دستگاه اسپکترومتر نشر اتمی- پلاسمای جفت شده القایی (ICP-AES)
4. رگلاتور (تنظیم کننده) دو مرحله ای برای آرگون
5. بشر فیلیپس 125 میلی لیتری یا بشر گریفین 50 میلی لیتری، به همراه شیشه ساعت
6. بالن ژوژه 10 ، 25 و 100میلی لیتری و 1 لیتری
7. پیپت های حجم سنجی مناسب در صورت لزوم
8. هیتر با دمای 150 درجه سانتیگراد

نکته: قبل از استفاده از ظروف شیشه ای آن ها را با اسید نیتریک غلیظ تمیز کرده و کاملا با آب مقطر بشوئید. |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 4 – 1 برای عبور حجم هوای 5 تا 67 لیتر انجام دهید. گرد وغبار کلی جمع شده بر روی فیلتر نباید از 2 میلی گرم تجاوز کنید (با توزین فیلتر و محاسبه اختلاف وزن آن با وزن اولیه فیلتر می توانید این مورد را بررسی کنید).
 |
| **آماده سازی**:1. فیلترهای نمونه و شاهد را از هولدر آن خارج کرده و هر کدام را به یک بشر تمیز انتقال دهید.
2. 5 میلی لیتر اسید Ashing به بشرها اضافه کرده، دهانه آن را با شیشه ساعت بپوشانید و بگذارید به مدت 30 دقیقه در دمای اتاق بماند.

نکته: در این مرحله یک شاهد را نیز آماده کنید.1. نمونه ها را بر روی اجاق (˚c 120) آنقدر حرارت دهید تا mL 5/0 از محلول ته ظرف باقی بماند.

نکته: برخی از گونه های مولیبدن با این روش به طور کامل قابل حل شدن نیستند و می توان روش های انحلال دیگری را بر آن به کار بست. به عنوان مثال می توان به مرجع ذیل رجوع کرد:NIOSH [1979]. NIOSH Manual of Analytical Methods, 2nd ed., V. 5, P&CAM 173 (Metals by Atomic Absorption), U.S. Department of Health, Education, and Welfare, Publ. (NIOSH) 79-1411. 2 میلی لیتر از اسید Ashing را به بشرها اضافه کرده و مرحله 3 را تکرار کنید. این کار را آنقدر ادامه دهید تا محلول شفاف شود.

نکته: فیلتر های PVC پس از افزودن مکرر اسید Ashing به خوبی حل نمی شوند.1. شیشه ساعت را برداشته و توسط آب مقطر آن را به داخل بشر آب بکشید.
2. دمای اجاق را تا 150 درجه سانتیگراد افزایش دهید و اجازه دهید محلول تا مرز خشک شدن بجوشد (حجم mL 5/0)
3. محلول باقیمانده را در mL 3-2 اسید رقیق حل کنید.
4. محلول ها را به بالن ژوژه های 25 میلی لیتری انتقال دهید.
5. محلول ها را توسط اسید رقیق تا حجم 25 میلی لیتر رقیق کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. اسپکترومتر را بر اساس دستور کمپانی سازنده کالیبره کنید.

نکته: معمولا یک شاهد اسید و استانداردهای کابردی چند عنصری با غلظت µg/mL 1 مورد استفاده قرار می گیرد. ترکیب چند عنصری ذیل از نظر شیمیایی در محلول 4% اسید نیتریک/ 1% پرکلریک اسید سازگار است.Mo, Sb, Sn, Te, Ti, W, Zr1. به ازای هر 10 نمونه یک استاندارد را مورد آنالیز قرار دهید.
2. میزان بازیافت ها را با استفاده از حداقل 2 فیلتر شاهد spike به ازای هر 10 نمونه مورد بررسی قرار دهید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه اسپکترومتر را در طول موج 202 نانومتر برای آنالیز مولیبدن تنظیم کنید.
2. استاندارد ها و نمونه ها و شاهدها را مورد آنالیز قرار دهید.

نکته: اگر مقدار نمونه بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید رقیق نمونه ها را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. اگر حساسیت بالاتری مورد نیاز باشد، نمونه نهایی باید تا حجم 10 میلی لیتر رقیق شود. |
| **مداخله گرها**:مداخله گرهای طیفی در آنالیز به روش ICP-AES مداخله گرهای اصلی به شمار می روند. این مداخلات با انتخاب طول موج مناسب، ضریب تصحیح مناسب بین عنصری و تصحیح زمینه به حداقل می رسد. |
| **محاسبات**:1. غلظت محلول برای هر نمونه اصلی (Cs) و نمونه شاهد (Cb) را بر حسب µg/mL توسط دستگاه تعیین کنید.
2. با استفاده از حجم محلول نمونه اصلی (Vs) و نمونه شاهد (Vb) بر حسب mL ، غلظت (C) مولیبدن را بر حسب mg/m3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید:

$$C= \frac{C\_{s}V\_{S}- C\_{b}V\_{b}}{V} ^{mg}/\_{m^{3}}$$ NOTE: μg/L = mg/m3 |