|  |  |
| --- | --- |
| **فسفریک اسید** | **phosphoric acid** |
| **فرمول شیمیایی**: H3PO4 **وزن مولکولی**:99/97 | **CAS** : 7664-38-2**RTECS** : TB6300000 |
| **اسامی مترادف**: ارتوفسفریک اسید، متافسفریک اسید  |
| **ویژگی ها**: مایع؛ نقطه ذوب ˚c 21؛ نقطه جوش ˚c 260 ؛فشار بخار kPa 0038/0 (mmHg 03/0) در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **NIOSH**:1mg/m3,3mg/m3STEL; **ACGIH**:1mg/m3,3mg/m3STEL;  **OSHA**:1mg/m3,3mg/m3 STEL  |
| **احتیاطات ویژه**: فسفریک اسید بر روی پوست، چشم و غشاهای مخاطی اثر خورندگی بسیار دارد. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. معرف بی کربنات سدیم (NaHCO3)
2. معرف کربنات سدیم (Na2CO3)
3. آب مقطر دیونیزه شده، که توسط فیلتر غشایی 45/0 میکرونی تصفیه شده است
4. حلال: محلول بافر کربنات و بی کربنات (1.7 mM NaHCO3 یا 1.8 mM Na2CO3): 5712/0 گرم از NaHCO3 و 7631/0 گرم از Na2CO3 را در 4 لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
5. محلول های اولیه ی کالیبراسیون، 1 میلی گرم بر لیتر (به صورت آنیون): 1433/0 گرم نمک دی فسفات پتاسیم (KH2PO4) را در 100 میلی لیتر آب مقطر تصفیه شده حل کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول cm 11 و قطر خارجی mm 7 ، حاوی 400 میلی گرم سیلیکاژل شسته شده در قسمت جلویی و 200 میلی گرم از آن در قسمت عقبی (لایه پشتیبان)، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد. بخش جلویی توسط یک لایه فیلتر فایبر گلاس نگه داشته شده. لایه اورتان نیز ضمن ثابت نگه داشتن بخش عقبی، دو قسمت را از هم جدا می کند. این لوله ها در بازار موجود هستند (Supelco ORBO 53 یا مدل های مشابه) یا می توان آنها را آماده کرد.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 5/0 – 2/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. یون کروماتوگراف، جداساز آنیونی HPLC-AG4A و محافظ میکروغشایی HPLC-AG4A ، آشکارساز هدایت گرمایی ، و دستگاه ثبت نمودار
4. حمام آب گرم
5. لوله های سانتریفیوژ 15 میلی لیتری، مدرج، پلاستیکی و دارای درپوش
6. سرنگ های پلی اتیلنی 10 میلی لیتری
7. فیلتر ها، به همراه فیلتر غشایی 13 میلی متری و پورسایز 8/0 میکرونی
8. میکرو پیپت مصرفی
9. بالن ژوژه 50 و 100 میلی لیتری
10. زمان سنج آزمایشگاهی
11. بطری های پلی اتیلنی 100 میلی لیتری
12. شیشه های نمونه (ویال)
 |
| **نمونه برداری**: 1. پمپ های نمونه بردار فردی را کالیبره کنید. ضمن اینکه در هنگام کالیبراسیون یک نمونه بردار را نیز به پمپ متصل کنید.
2. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا 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 L/min 5/0 – 2/0 برای عبور حجم هوای 3 تا 100 لیتر انجام دهید.
 |
| **آماده سازی**:1. بر روی لوله نمونه بردار در جلوی قسمت جلویی آن علامت بگذارید.
2. لوله نمونه بردار را از قسمتی که علامت گذاری کرده اید بشکنید. لایه فیلتر فایبر گلاس را به همراه محتوی بخش جلویی لوله به لوله ی سانتریفیوژ مدرج 15 میلی لیتری منتقل کنید.
3. محتوی بخش عقبی لوله نمونه بردار را در لوله سانتریفیوژ جداگانه ای قرار داده و لایه اورتان را دور بیندازید.
4. 6 تا 8 میلی لیتر از حلال را به هرکدام از لوله های سانتریفیوژ اضافه کنید و آنها را به مدت 10 دقیقه در حمام آب گرم قرار دهید.
5. منتظر بمانید تا محلول سرد شود، سپس آن را توسط حلال تا حجم 10 میلی لیتر رقیق کنید.
6. درپوش لوله های سانتریفیوژ را بگذارید و آن را به شدت تکان دهید.
7. نمونه را به داخل سرنگ پلاستیکی 10 میلی لیتری تخلیه می کنیم.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 001/0 تا 3/0 میلی گرم از آنیون (PO43-) را درهر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.* مقدار مشخصی از محلول استاندارد را در بالن ژوژه ی 50 میلی لیتری با آب مقطر به حجم 50 میلی لیتر برسانید.
* استانداردهای کاربردی را در بطری های پلی اتیلنی نگهداری کرده و درپوش آن را محکم ببندید. هر هفته استانداردهای کاربردی تازه آماده کنید.
* استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید.
* برای آنیون (PO43-) یک منحنی کالیبراسیون رسم کنید [ارتفاع پیک (بر حسب mm یا Sµ ) در برابر غلظت (بر حسب میکروگرم در هر نمونه)].
 |
| **اندازه گیری**:1. یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
* آنالیت( ماده مورد تجزیه):  PO43-
* جداکننده گاز از مایع و حلال: 10 میلی لیتر بی کربنات سدیم (mM 7/1) یا کربنات سدیم (mM 8/1)
* حجم تزریق: Lµ 50
* ستون ها: جداکننده آنیونی و محافظ HPLC-AG4A .
1. 50 میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. برای اطمینان از شستشوی کامل لوپ نمونه، 2-3 میلی لیتر نمونه را از سرنگ تزریق کنید.

نکته: برای جلوگیری از مسدود شدن دریچه های سیستم و ستون ها، تمامی نمونه ها ، حلال و آبی که در یون کروماتوگراف جریان دارد باید تصفیه شوند.1. ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج ارتفاع منحنی کالیبراسیون بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید. |
| **مداخله گرها**:ذرات نمک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.  |
| **محاسبات**:1. جرم (بر حسب میکروگرم) آنیون(PO43-) را در قسمت جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (Bf) و عقبی (Bb) لوله شاهد محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) فسفریک اسید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left(W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b}\right).F}{V} , mg/m^{3}$$در این رابطه:F (فاکتور تبدیل یون به اسید) = 032/1  |