|  |  |
| --- | --- |
| **سنگ مرمر** | **marble** |
| **فرمول شیمیایی**: Ca(CO3)2**وزن مولکولی**: 09/100 | **CAS** : 471-34-1**RTECS** : EV9580000 |
| **اسامی مترادف**: سنگ آهک؛ بی کربنات کلسیم |
| **ویژگی ها** (کلسیم): فلز نرم فعال؛ 2 ظرفیتی؛ نقطه ذوب ˚c 848 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:15 mg/m3 (total), 5 mg/m3 (respirable) **NIOSH**: 10 mg/m3 (total), 5 mg/m3 (respirable)  **ACGIH**: 10 mg/m3  |
| **احتیاطات ویژه**: هضم توسط اسید پرکلریک را توسط هود مخصوص آن انجام دهید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. اسید نیتریک غلیظ
2. اسید هیدروکلریک غلیظ
3. اسید هیدروکلریک 5% حجمی؛ 50 میلی لیتر اسید هیدروکلریک غلیظ را به 500 میلی لیتر آب مقطر افزوده و با آب مقطر به حجم برسانید.
4. محلول استوک کالیبراسیون، µg/mL 1000 کلسیم ؛ 498/2 گرم CaCO3 خشک شده را در 50 میلی لیتر آب مقطر و 20 میلی لیتر اسید هیدروکلریک حل کرده و با آب مقطر به حجم 1 لیتر برسانید.
5. محلول سزیم، mg/mL 50 ؛ 4/73 گرم نیترات سزیم را در آب مقطر حل کرده و حجم 1 لیتر برسانید.
6. محلول لانتانیم، mg/mL 50 ؛ 156 گرم La(NO3)3·6H2O را در آب مقطر حل کرده و حجم 1 لیتر برسانید.
7. آب مقطر دیونیزه
8. هوای تصفیه شده
9. استیلن
10. پرکلریک اسید 60% (وزنی/حجمی)
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر غشایی استرسلولز، 37 میلی متری با پور سایز 8/0 میکرون، در هولدر فیلتر کاست.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 3 – 1 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی، با کوره هوا - استیلن و لامپ هالوکاتد کلسیم
4. رگلاتور 2 مرحله ای برای هوا و استیلن
5. بشر فیلیپس 125 میلی لیتری، یا گریفین 50 میلی لیتری؛ به همراه پوشش شیشه ساعت
6. بالن ژوژه 25 و 100 میلی لیتری
7. میکروپیپت 5 تا 500 میکرولیتری
8. اجاق با دمای سطح 140 و 400 درجه سانتیگراد

نکته: قبل از استفاده از تجهیزات شیشه ای آنها را با اسید نیتریک غلیظ و سپس 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 3 – 1 برای عبور حجم هوای 20 تا 400 لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بیش از 2 میلی گرم گردوغبار کلی بر روی فیلتر جمع شود.
 |
| **آماده سازی**:1. فیلتر کاست ها را باز کرده و فیلترهای نمونه و شاهد را به بشرهای جداگانه ای منتقل کنید.
2. mL 5 اسید نیتریک غلیظ به هر کدام از بشر ها اضافه کرده و دهانه بشر را با شیشه ساعت بپوشانید.
3. بشرها را بر روی اجاق با دمای ˚c 140 قرار داده تا بخش بیشتر اسید تبخیر شود.
4. mL 2 اسید نیتریک غلیظ و mL 1 HClO4 60% به بشرها اضافه کنید.
5. بشرها را بر روی اجاق با دمای ˚c 400 قرار داده تا فیوم های پرکلریک اسید ظاهر شوند.
6. شیشه ساعت را برداشته و با آب مقطر آن را به داخل بشر آب بکشید.
7. بشرها را بر روی اجاق با دمای ˚c 400 قرار داده و اجازه دهید تا مرز خشک شدن پیش برود.
8. بشرها را خنک کرده و باقیمانده محتوی آن را در mL 5 اسید هیدروکلریک 5% حل کنید.
9. مقدار مشخصی از محلول را به یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری حاوی mL 2 محلول سزیم (mg/mL 50) و mL 2 محلول لانتانیم (mg/mL 50) انتقال دهید.
10. محلول را با اسید هیدروکلریک 5% به حجم 100 میلی لیتر برسانید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. مقادیر مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را که گستره ی 0 تا 500 میکرو گرم کلسیم را در هر نمونه پوشش دهد به بالن ژوژه 100 میلی لیتری حاوی mL 2 محلول سزیم (mg/mL 50) و mL 2 محلول لانتانیم (mg/mL 50) انتقال داده با اسید هیدروکلریک 5% به حجم برسانید.
2. استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
3. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر غلظت محلول برحسب µg/mL ).
4. یک استاندارد کاربردی را برای هر 10 نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید
5. به جهت بررسی میزان انحراف دستگاهی، میزان بازیافت را توسط حداقل 1 شاهد Spike شده به ازای هر 10 نمونه چک کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): کلسیم
* محلول نهایی: 100 میلی لیتر،اسید هیدروکلریک 5%، سزیم (µg/mL 1000) و لانتانیم (µg/mL 1000)
* طول موج: 7/422 نانومتر
* شرایط کوره: هوا - استیلن
1. نمونه ها واستانداردها را تزریق کرده و میزان جذب آنها را قرائت کنید.

نکته: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید هیدروکلریک 5% و مقدار مناسبی از محلول سزیم و لانتانیم (mg/mL 50) رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید. |
| **مداخله گرها**: یونیزاسیون شعله در اثر حضور فلزاتی از قبیل Na ، K، Li و mg را می توان با استفاده از سزیم (µg/mL 1000) کنترل کرد. در صورت وجود Si ، AL یا H3PO4 استفاده از لانتانیم 1% (وزنی) ضروری است.  |
| **محاسبات**:1. با استفاده میزان جذب قرائت شده، غلظت کلسیم موجود در نمونه اصلی و شاهد را از منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
2. غلظت سنگ مرمر در هوا را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$C= \frac{(C\_{s}V\_{s}- C\_{b}V\_{b})}{V} , mg/m^{3}$$*که در این رابطه:* *C = غلظت سنگ مرمر بر حسب mg/m3**Cs = غلظت کلسیم موجود در نمونه اصلی برحسب µg/mL**Cb = غلظت کلسیم موجود در نمونه شاهد برحسب µg/mL**Vs = حجم محلول نمونه اصلی برحسب mL**Vb = حجم محلول نمونه شاهد برحسب mL**V = حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر* |