|  |  |
| --- | --- |
| **سیلیس کریستالی** | **crystalline silica** |
| **فرمول شیمیایی**: SiO2**وزن مولکولی**: 08/60 | **CAS** : 14808-60-7 (کوارتز)14464-46-1 (کریستوبالیت) |
| **اسامی مترادف**: - | 15468-32-3 (تریدیمیت) |
| **ویژگی ها**: جامد؛ دانسیته g/cm3 65/2 ؛ دمای تبدیل اجزای سیلیس کریستالی به یکدیگر: کوارتز به تریدیمیت C ْ 867 ؛ تریدیمیت به کریستوبالیت C ْ 1470 | **RTECS** : VV7330000 (کوارتز) |
| VV7325000 (کریستوبالیت) |
| VV7335000 (تریدیمیت) |
| **حدمجاز**: **OSHA**: quartz (respirable) 10 mg/m3/(%SiO2+2) cristobalite and tridymite (respirable) ½ the 10 mg/m3/(%SiO2+2)  **NIOSH**: 0.05 mg/m3; carcinogens  **ACGIH**: quartz (respirable) 0.1 mg/m3, cristobalite & tridymite (respirable) 0.05 mg/m3 |
| **احتیاطات ویژه**: از استنشاق ذرات سیلیس اجتناب کنید. برای جلوگیری از تماس پوستی با اسیدها از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کنید. اسید هیدروفلوریک شیشه را حل می کند. برای کلیه محلول های حاوی اسید هیدروفلوریک از ظروف آزمایشگاهی پلاستیکی استفاده کنید. اسیدهای غلیظ خورنده هستند.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. استانداردهای سیلیس (کوارتز، کریستوبالیت و تردیمیت)
2. اسید فلوئوریدریک 48% (HF)
3. اسید ارتوفسفریک 85% (H3PO4)
4. آب خالص و عاری از سیلیس (باید آب دیونیزه بوده و در ظروف پلی اتیلنی نگهداری شود)
5. اسید کلریدریک 10: 1 حجمی (HCl)
6. اسید سولفوریک 10 نرمال (H2SO4)
7. اسید نیتریک غلیظ (HNO3)
8. اسید پرکلریک (در صورتیکه نمونه برداری از سیلیس با فیلتر PVCانجام شود، از پرکلریک اسید استفاده می شود)
9. محلول بوریک اسید 5% : 200 گرم اسید بوریک کریستالی را در 4 لیتر آب دیونیزه گرم ریخته و حل کنید، سپس خنک کرده و در مرحله بعد با استفاده از یک فیلتر غشایی با خلل و فرج µm 45/0 فیلتراسیون کرده و در ظروف پلی اتیلنی نگهداری کنید.
10. معرف مولیبدات: 50 گرم آمونیوم مولیبدات تتراهیدرات را در cc 400 آب دیونیزه حل کنید، 50 میلی لیتر اسید سولفوریک به آن اضافه کرده و بعد از خنک کردن به حجم 500 میلی لیتر برسانید. این محلول باید در مکان تاریک نگهداری شود.
11. محلول کاهنده: 9 گرم بی سولفیت سدیم را در 80 میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید. در 10 میلی لیتر آب دیونیزه، 7/0 گرم سولفیت سدیم و 15/0 گرم "1-آمینو-2-نفتول-4-سولفونیک اسید" اضافه کرده و حل کنید. سپس 2 محلول فوق را با هم مخلوط کرده و با آب دیونیزه به حجم 100 میلی لیتر برسانید. محلول کاهنده در صورت نگهداری در یخچال تا 1 ماه قابل استفاده است.
12. استاندارد استوک سیلیس؛ mg/mL 5/0 ؛ 250 میلی گرم کوارتز را در 10 میلی لیتر اسیدهیدروفلوئوریک 48% حل کرده و با آب خالص فاقد سیلیکا به حجم 500 میلی لیتر برسانید. محلول را در ظروف پلی اتیلنی نگهداری کنید. محلول پایدار است.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار:
2. فیلتر استرسلولوزی (MCE) ، با قطر 37 میلی متر و خلل و فرج 8/0 میکرون به همراه پد نگهدارنده. یا فیلتر پلی وینیل کلراید (PVC) با قطر 37 میلی متر و خلل و فرج 5/0 میکرون

نکته: اگر از فیلتر PVC استفاده شود، یک هود مخصوص فیوم پرکلریک اسید، کوره پلاسمای رادیوفرکانسی با دمای پایین یا کوره استردار مورد نیاز است.1. سیکلون، 10 میلی متری نایلونی یا سیکلون HD (Higgins-Dewell)
2. نگهدارنده فیلتر و سیکلون؛ باید طوری کاست و سیکلون را نگه دارد که هوا فقط از ورودی سیکلون وارد شود.
3. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/2 برای سیکلون HD و دبی L/min 7/1 برای سیکلون نایلونی
4. هیتر؛ 550 واتی، 115 ولتی، از نوع RH
5. کرونومتر
6. بشر فیلیپس؛ 250 میلی لیتری از جنس شیشه بوروسیلیکات
7. دستگاه فیلتراسیون؛ به همراه فیلتر غشایی MCE با خلل و فرج 45/0 میکرون و قطر 47 میلی متر، و قیف فیلتر
8. بورت پلی پروپیلنی 10 میلی لیتری
9. حمام آب گرم با دمای ˚C 40
10. دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 420 تا nm 820 و کووت 1 سانتی متری
11. هات پلیت؛ تا دمای ˚C 150
12. سیلندر یا پیپت مدرج، 10 و 25 میلی لیتری
13. سیلندر یا پیپت مدرج پلی اتیلنی، 5 و 25 میلی لیتری
 |
| **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 دبی مشخص بین L/min 5% ± 7/1 (هنگام استفاده از سیکلون نایلونی) یا L/min 5% ± 2/2 (هنگام استفاده از سیکلون HD) برای عبور حجم هوای 400 تا 800 لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بیش از 2 میلی گرم گرد وغبار برروی فیلتر جمع آوری شود.
 |
| **آماده سازی**:1. نمونه را وزن کرده (اگر وزن SiO2 جمع آوری شده توسط فیلتر بیش از 5/2 میلی گرم باشد نمونه فاقداعتبار است) و به یک بشر 250 میلی لیتری منتقل کنید. آنگاه 4- 3 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به آن افزوده و ظرف را روی اجاق گذاشته و آن را حرارت دهید تا فیوم های قهوه ای از بین برود.
2. مجددا 2 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به آن اضافه کرده و آن را حرارت دهید و تا مرز خشک شدن این عمل (اضافه کردن HNO3 ) را آنقدر ادامه دهید تا مواد باقی مانده داخل بشر بیرنگ شود.
3. 25 میلی لیتر اسید فسفریک 85% را به بشر اضافه کنید. برروی بشر یک قیف به صورت وارونه قرار دهید، آنچنان که لبه های قیف بر روی دیواره بشر قرار بگیرد.
4. اجاق 550 واتی را در زیر هود مخصوص فیوم قرار داده، درجه حرارت آن را روی 240 درجه سانتیگراد تنظیم کرده و بعد نمونه را به مدت 8 دقیقه بر روی آن حرارت و در حالیکه نمونه روی اجاق است، تکان دهید.
5. بشر را از روی اجاق برداشته و به مدت 1 دقیقه تکان دهید، بعد از خنک کردن بشر 125 میلی لیتر آب دیونیزه گرم (˚C 70 -60) به آن اضافه کرده و تکان دهید تا کاملا مخلوط شود.
6. نمونه را با یک فیلتر 47 میلی لیتری صاف کرده، سپس با اسید کلریدریک 10: 1 شستشو دهید.
7. فیلتر 47 میلی متری را در ته یک ظرف پلی اتیلنی 150 میلی لیتری قرار داده و 5/0 میلی لیتر اسید فلوئوریدریک 48% به آن افزوده و یک ظرف پلی اتیلنی با قطر 50 میلی متر بر روی ن آن آن قرار داده و نمونه را به مدت 30 دقیقه راکد بگذارید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. تهیه محلول استاندارد مادر سیلیس (mg/mL 5/0) ؛ با حل کردن 250 میلی گرم کوارتز در 10 میلی لیتر اسید فلوئوریدریک 48% و رساندن آن به حجم 500 میلی لیتر توسط آب دیونیزه تهیه می گردد.
2. تهیه محلول های استاندارد کاربردی:
3. با حل کردن 1، 2، 3، 4، 5 و 6 میلی لیتر از محلول استاندارد مادر سیلیس در بالن ژوژه های پلی اتیلنی 25 میلی لیتری و به حجم رساندن آنها، محلول های استاندارد کاربردی تهیه می گردد.
4. به محلول های فوق 50 میلی لیتر محلول اسید بوریک 5% اضافه کرده و پس از به هم زدن، در حمام آب گرم با دمای ˚C 40 به مدت 10 دقیقه قرار گیرد.
5. 4 میلی لیتر معرف مولیبدات را به محلول اضافه نموده، آن را به هم بزنید و بعد از 2 دقیقه مجددا معرف را اضافه کنید. سپس بعد از 20 دقیقه، 20 میلی لیتر اسید سولفوریک 10 نرمال اضافه کرده و به هم بزنید.
6. در این مرحله به رنگ محلول توجه کنید:

حالت اول: اگر رنگ نمونه زرد بود بعد از 2 دقیقه نمونه را در دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 420 گذاشته و میزان جذب محلول را قرائت کنید.حالت دوم: اگر محلول بی رنگ بود به مدت 2 تا 5 دقیقه صبر کنید، سپس 1 میلی لیتر معرف "1-آمینو-2-نفتول-4-سولفونیک اسید" و بعد از 20 دقیقه آن را در دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 820 گذاشته و بعد از صفر کردن دستگاه با آب دیونیزه مقدار جذب نمونه را قرائت کنید.1. منحنی کالیبراسیون را رسم کنید
 |
| **اندازه گیری**:1. 25 میلی لیتر آب فاقد سیلیکا را در ظروف پلی اتیلنی به نمونه ها اضافه کنید.
2. 50 میلی لیتر محلول اسید بوریک 5% اضافه کرده و پس از به هم زدن، در حمام آب گرم با دمای ˚C 40 به مدت 10 دقیقه قرار گیرد.
3. 4 میلی لیتر معرف مولیبدات را به محلول اضافه نموده، آن را به هم بزنید و بعد از 2 دقیقه مجددا معرف را اضافه کنید. سپس بعد از 20 دقیقه، 20 میلی لیتر اسید سولفوریک 10 نرمال اضافه کرده و به هم بزنید.
4. در این مرحله به رنگ محلول توجه کنید :

حالت اول: اگر رنگ نمونه زرد بود بعد از 2 دقیقه نمونه را در دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 420 گذاشته و میزان جذب محلول را قرائت کنید.حالت دوم: اگر محلول بی رنگ بود به مدت 2 تا 5 دقیقه صبر کنید، سپس 1 میلی لیتر معرف "1-آمینو-2-نفتول-4-سولفونیک اسید" و بعد از 20 دقیقه آن را در دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 820 گذاشته و بعد از صفر کردن دستگاه با آب دیونیزه مقدار جذب نمونه را قرائت کنید.1. میزان جذب نمونه ها (A) و جذب شاهدها (B) را ثبت کنید.
 |
| **مداخله گرها**: هر ترکیب حاوی سیلیکون که در اسیدفلوئوریدریک قابل انحلال باشد می تواند تداخل مثبت ایجاد کند. |
| **محاسبات**:1. بعد از قرائت جذب هر یک از نمونه ها و مقایسه با منحنی استاندارد غلظت بر حسب µg/mL در هر نمونه تعیین می گردد که با توجه به حجم کلی نمونه مقادیر کوارتز بر حسب µg محاسبه می شود.
2. محاسبه غلظت نهایی (C) سیلیس کریستالی در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{A-B}{M.V} $$C: *غلظت سیلیس کریستالی بر حسب mg/m3**A : مقدار کوارتز در نمونه اصلی بر حسب µg* *B : مقدار کوارتز در نمونه اصلی بر حسب µg**M: شیب خط منحنی کالیبراسیون**V : حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر*  |