|  |  |
| --- | --- |
| **پروسیک اسید** | **prussic acid** |
| **فرمول شیمیایی**: HCN**وزن مولکولی**: 03/27 | **CAS** : 74-90-8**RTECS** : MW6825000 |
| **اسامی مترادف**: هیدروسیانیک اسید؛ هیدروژن سیاناید ؛ فورمونیتریل |
| **ویژگی ها**: گاز؛ نقطه جوش ˚c 26 ؛ نقطه ذوب ˚c 42- ؛ فشار بخار mmHg 620 در ˚c 20 ؛ چگالی بخار 94/0 (air=1)  |
| **حدمجاز**: **OSHA**: 11 mg/m3 (skin) ; 5 mg/m3 (skin, as CN- ) **NIOSH**: 5 mg/m3/10 min C (as CN-)  **ACGIH**: 11 mg/m3 C (skin); 5 mg/m3 (skin, as CN-)  |
| **احتیاطات ویژه**: پروسیک اسید و ذرات سیاناید در صورت مواجهه تنفسی، پوستی یا گوارشی می توانند کشنده باشند. فقط در زیر هود با آن کار کنید. آمیل نیتریت در برابر سمیت سیاناید به عنوان پادزهر عمل می کند.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. آب مقطر دیونیزه
2. پتاسیم سیاناید
3. محلول استوک کالیبراسیون، µg/mL 1000 یون CN-؛ 25/0 گرم پتاسیم سیاناید (KCN) را با هیدروکسید پتاسیم (KOH) 1/0 نرمال به حجم 100 میلی لیتر برسانید. حداقل 1 هفته در ظرف پلی اتیلنی پایدار است.
4. هیدروکسید پتاسیم (KOH)، 1/0 نرمال؛ 6/5 گرم هیدروکسید پتاسیم را با آب مقطر به حجم 1000 میلی لیتر برسانید.
5. کاغذ استات سرب
6. کربنات کادمیوم (در صورت وجود سولفید)
7. هیدروژن پیروکسید 30% (در صورت وجود سولفید)
8. سولفیت سدیم 1 مولار (در صورت وجود سولفید)
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر غشایی پلی وینیل کلراید (PVC)؛ 37 میلی متری، با پورسایز 8/0 میکرون، با نگهدارنده فیلتر دو قسمتی؛ به دنبال آن یک بابلر شیشه ای میدجت حاوی 15 میلی لیتر هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال تعبیه شده است.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 – 5/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. ویال های پلی اتیلنی، 20 میلی لیتری با درپوش پیچ دار پلاستیکی
4. الکترود یون سیاناید؛ (Orion 94-06 یا انواع مشابه)
5. الکترود مرجع.
6. PH سنج
7. همزن مغناطیسی
8. پیپت 05/0 ، 2 و 25 میلی لیتر ی
9. بالن ژوژه 10 میلی لیتری
10. بشر 50 میلی لیتری
11. ترازو آزمایشگاهی، با دقت 1/0 میلی گرم
 |
| **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 1 – 5/0 برای عبور حجم هوای 10 تا 180 لیتر انجام دهید.

نکته: در طول نمونه برداری مراقب باشید بابلر به صورت عمودی قرار گیرد. اجازه ندهید حجم محلول کمتر از 10 میلی لیتر شود. 1. بابلر را جدا کرده، دهانه آن را ببندید، توسط mL 2-1 هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال آب بکشید و آن را به داخل بابلر بریزید.
2. مقدار مشخصی از محتوی بابلر را به یک ویال 20 میلی لیتری منتقل کنید. برای جلوگیری از تلف شدن نمونه در حین انتقال آن به آزمایشگاه درپوش ویال را محکم بسته و دور آن را با نوار پلاستیکی بپوشانید. ویال ها را برچسب گذاری کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. فیلتر را از کاست آن به یک جار (jar) آزمایشگاهی 60 میلی لیتری منتقل کنید.
2. mL 25 هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال را به جار اضافه کنید. در پوش آن را بسته و به مدت 30 دقیقه بگذارید بماند و گهگاهی آن را تکان دهید تا استخراج کامل صورت گیرد. 2 هفته بعد از استخراج نمونه را آنالیز کنید.
3. محتوی ظرف را به یک بالن ژوژه 25 میلی لیتری تخلیه کنید. باقیمانده ظرف را با هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال شسته و به بالن ژوژه تخلیه کنید. سپس توسط هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال به حجم برسانید.

نکته: یون سولفید الکترود یون سیاناید را آلوده می کند که برگشت ناپذیر است. در صورت وجود یون سولفید در نمونه، باید آن را حذف کرد. وجود یون سولفید را با چکاندن یک قطره از نمونه بر روی کاغذ استات سرب تست کنید. در صورت وجود یون سولفید، کاغذ استات سرب تغییر رنگ می دهد. اگر تست مثبت بود، یون سولفیدرا با یکی از روش های زیر حذف کنید. 1. قبل از رقیق سازی نمونه 1 میلی لیتر آب اکسیژنه 1 مولار و 1 میلی لیتر دی سولفیت سدیم (Na2SO3) را به محلول نمونه اضافه کنید.
2. مقدار کمی از کربنات کادمیوم را به نمونه اضافه کنید. محلول را تکان داده و دوباره با کاغذ استات سرب تست کنید. اگریون سولفید به طور کامل حذف نشده بود مقدار بیشتری از کربنات کادمیوم را اضافه کنید. از افزودن مقدار زیاد کربنات کادمیوم به محلول نمونه و افزایش زمان تماس آن با محلول اجتناب کنید. زمانی که با چکاندن محلول نمونه تغییر رنگی در کاغذ استات سرب ایجاد نشد، نمونه را توسط یک لایه پشم شیشه در پیپت Pasteur فیلتر کنید. اکنون نمونه آماده آنالیز است.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 50 تا 2000 میکروگرم یون سیاناید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید. برای این کار مقادیری از محلول استوک کالیبراسیون را با هیدروکسید پتاسیم 1/0 نرمال رقیق کنید. (به عنوان مثال 05/0 تا 2 میلی لیتر محلول استوک کالیبراسیون را تا حجم 25 میلی لیتر به حجم برسانید.
* استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری).
* بر روی کاغذ نیمه لگاریتمی منحنی کالیبراسیون رسم کنید. به این صورت که در محور لگاریتمی غلظت یون و در محور عمودی mV باشد.
 |
| **اندازه گیری**:1. محلول را به یک بشر 50 میلی لیتری منتقل کنید. الکترود یون سیاناید و الکترود مرجع را به داخل نمونه فرو برده، سپس بشر را در همزن مغناطیسی قرار دهید.
2. در حالی که همزن مغناطیسی روشن است، اجازه دهید قرائت ولتاژ ثابت شود، سپس میزان قرائت mV را ثبت کنید.

نکته: قرائت ولتاژ یک عملکرد دمایی است. اندازه گیری نمونه ها و استانداردها را در دمای یکسان انجام دهید.نکته: اگر یون های کلراید، یدید و برمید که نمک نامحلول نقره را تشکیل می دهد، به اندازه کافی در محلول موجود باشند، عملکرد الکترود یون سیاناید دچار اختلال می شود. همچنین بسیاری از یون های فلزی از قبیل کادمیوم، روی، نقره، نیکل، آهن و جیوه با سیاناید ترکیب می شوند.  |
| **مداخله گرها**: سولفید، کلرید، یدید، برمید، کادمیوم، روی، نقره، نیکل، آهن و جیوه ایجاد تداخل می کنند. در حضور رطوبت، برخی از ذرات سیاناید، پروسیک اسید را آزاد می کنند که در بابلر جمع آوری شود، در حالی که روش قادر نیست پروسیک اسید موجود در هوا را از پروسیک اسیدی که به این طریق آزاد شده، تشخیص دهد. به این ترتیب تداخل مثبت ایجاد می شود.  |
| **محاسبات**:1. محاسبه غلظت ذرات سیاناید (Cp) در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C\_{p}= \frac{W\_{f}- B\_{f}}{V} , mg/m^{3}$$که در این رابطه: Wf: جرم یون سیاناید موجود در فیلتر نمونه اصلی بر حسب µg (از منحنی کالیبراسیون بدست می آید)Bf : جرم یون سیاناید موجود در فیلتر نمونه شاهد بر حسب µg (از منحنی کالیبراسیون بدست می آید)V : حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر1. محاسبه غلظت ذرات سیاناید (CHCN) در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C\_{HCN}= \frac{(W\_{b}- B\_{b})×1.04}{V} , mg/m^{3}$$که در این رابطه:Wb: جرم یون سیاناید موجود در بابلر نمونه اصلی بر حسب µg (از منحنی کالیبراسیون بدست می آید)Bb : جرم یون سیاناید موجود در بابلر نمونه شاهد بر حسب µg (از منحنی کالیبراسیون بدست می آید)V : حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر |