|  |  |
| --- | --- |
| **آرسنیک تری هیدرید** | **arsenic trihydride** |
| **فرمول شیمیایی**: AsH3**وزن مولکولی**: 95/77 | **CAS** : 7784-42-1**RTECS** : CG6475000 |
| **اسامی مترادف**: هیدروژن آرسنید؛ آرسین |
| **ویژگی ها**: گاز؛ نقطه جوش ˚c 5/62- ؛ نقطه ذوب ˚c 3/116- ؛ دانسیته g/mL 484/3 در ˚c 20 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:0.05 ppm **NIOSH**: 0.002 mg/m3/15 min C; carcinogen **ACGIH**: 0.05 ppm; carcinogen  |
| **احتیاطات ویژه**: آرسنیک تری هیدرید سرطانزایی انسانی است. با کلیه اسیدهای غلیظ در زیرهود کار کنید. آرسنیک تری هیدرید از راه جذب تنفسی بینهایت سمی است، در زیر هود دارای تهویه مناسب با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. آب مقطر دیونیزه
2. اسید نیتریک غلیظ
3. اسید نیتریک 01/0 مولار؛ 4/0 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با 1 لیتر آب مقطر رقیق کنید.
4. اسید نیتریک 1/0 مولار؛ 4 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را با 1 لیتر آب مقطر رقیق کنید
5. محلول استوک آرسنیک، µg/mL 1000 آرسنیک 3 ظرفیتی ؛ 322/1 گرم As2O3 خشک شده را در 100 میلی لیتر اسید نیتریک 1/0 مولار حل کرده و با اسید نیتریک 1/0 مولار حجم 1 لیتر برسانید.
6. محلول استوک کالیبراسیون، µg/mL 1 آرسنیک 3 ظرفیتی ؛ 1/0 میلی لیتر محلول استوک آرسنیک (µg/mL 1000 آرسنیک) را با اسید نیتریک 01/0 مولار حجم 100 میلی لیتر برسانید. محلول ها را روزانه آماده کنید.
7. محلول نیترات نیکل، µg/mL 1000 نیکل ؛ 112/3 گرم Ni(NO3)2 خشک شده را در 100 میلی لیتر اسید نیتریک 1/0 مولار حل کرده و با اسید نیتریک 1/0 مولار حجم 1 لیتر برسانید.
8. آرگون؛ فشرده
9. آرسنیک تری هیدرید 99% ؛ یا ترکیب آن در نیتروژن
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای، با طول cm 7، قطر خارجی mm 6 و قطر داخلی mm 4؛ که دارای درپوش پلاستیکی می باشد. حاوی دو بخش ذغال فعال از جنس پوسته نارگیل (قسمت جلویی: mg 100، قسمت عقبی: mg 50) که توسط یک لایه 2میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده. یک لایه پشم شیشه مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 3 میلی متری فوم اورتان نیز بعد از بخش عقبی محتوی لوله قرار گرفته است. فشار هوای عبوری از لوله در دبی L/min1 نباید از kPa 4/3 بیشتر شود. لوله ها در بازار موجود می باشند.

نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.1. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 01/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
2. دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی، با کوره گرافیتی، لوله های غیر پیرولیتیک، تصحیح کننده زمینه، تخلیه الکتریکی بدون الکترود یا لامپ هالوکاتد برای آرسنیک
3. بالن ژوژه 100 میلی لیتری و 1 لیتری
4. میکروپیپت 5 تا 500 میکرولیتری
5. لوله سانتریفیوژ 10 یا 15 میلی لیتری
6. حمام التراسونیک
7. دستگاه سانتریفیوژ
8. سرنگ مخصوص گاز، 1/0 میلی لیتری با درجه بندی 1 میکرولیتری

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. 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.

نکته: در صورت وجود ذرات آرسنیک، از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار استفاده کنید.1. نمونه برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 2/0 – 01/0 برای عبور حجم هوای 1/0 تا 10 لیتر انجام دهید.
2. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) نمونه بردار گذاشته و آن را با دقت برای انتقال بسته بندی کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی و عقبی لوله را در لوله های سانتریفیوژ جداگانه ای قرار دهید. لایه پشم شیشه و فوم را دور بیندازید.
2. mL 1 اسید نیتریک 01/0 مولار را به هر کدام از لوله ها اضافه کرده و درپوش آن را ببندید.
3. لوله ها را به مدت 30 دقیقه در حمام التراسونیک تکان دهید.
4. لوله ها را در دستگاه سانتریفیوژ قرار دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 004/0 تا 3/0 میکرو گرم آرسنیک تری هیدرید را در هر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون و اسید نیتریک 01/0 مولار را برای تهیه محلول 1 لیتری به لوله سانتریفیوژ که حاوی 100 میلی گرم ذغال فعال (شاهد) است بیفزایید.
* استانداردها را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1و2 نمونه برداری). یک استاندارد کاربردی را برای هر 5 نمونه به جهت چک کردن انحراف دستگاهی آنالیز کنید.
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک).
1. راندمان جداسازی (DE) را حداقل یک بار برای هر بچ از ذغال فعال مورد استفاده در نمونه برداری در گستره µg/sample 2- 004/0 آرسنیک، تعیین کنید. سه لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* بخش عقبی لوله نمونه بردار نمونه شاهد را خارج کرده و دور بیندازید.
* توسط یک سرنگ میکرولیتری مقدار مشخصی از گاز آرسنیک تری هیدرید خالص را مستقیما به محتوی بخش جلویی لوله تزریق کنید.
* درپوش لوله را بسته و آن را به مدت یک شب رها کنید.
* محلول های فوق را واجذب کرده (مراحل 1-4 آماده سازی) و به همراه استانداردهای کاربردی مورد آنالیز قرار دهید (مراحل 1و2 اندازه گیری).
* نموداری از راندمان جذب در برابر میکرو گرم آرسنیک بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون است، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه اسپکتروفوتومتر جذب اتمی و کوره را بر اساس توصیه سازنده و تحت شرایط زیر تنظیم کنید.
* آنالیت(ماده مورد تجزیه): آرسنیک
* جداساز: mL 1 اسید نیتریک 01/0 مولار
* طول موج: 7/193 نانومتر
* حجم تزریق: µL 50
* شرایط کوره گرافیتی: 40 ثانیه در دمای C ْ 110 خشک شود؛ 15 ثانیه در دمای C ْ 120 نیمسوز شود؛ 7 ثانیه در دمای C ْ 2540 اتمایزه شود
1. قبل از شروع آنالیز 50 میکرولیتر محلول نیترات نیکل را تزریق کنید. سپس 50 میکرولیتر از نمونه را به دستگاه تزریق کرده، و مساحت پیک را محاسبه کنید.

نکته1: اگر میزان جذب نمونه بالاتر از گستره خطی منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید نیتریک 01/0 مولار رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.نکته 2: تکرار پذیری پیک جذب را برای استانداردهای کاربردی بررسی کنید. اگر نتایج نا معقولی مشاهده شد، پارامترهای دستگاهی را بهینه کرده و لوله گرافیتی را جایگزین کنید. |
| **مداخله گرها**: سایر ترکیبات آرسنیک (گاز یا ذرات) می توانند ایجاد تداخل مثبت کنند. استفاده از یک فیلتر غشایی استرسلولزی در جلوی نمونه بردار می تواند ذرات را حذف کند.  |
| **محاسبات**:1. جرم برحسب µg آرسنیک تری هیدرید موجود در بخش جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی، و بخش جلویی (Bf) و عقبی (Bb) نمونه شاهد را از طریق ضرب کردن جرم آرسنیک موجود در این بخش ها در 04/1 (وزن مولکولی آرسنیک تری هیدرید تقسیم بر وزن مولکولی آرسنیک) محاسبه کنید.

نکته: اگر Wb>Wf/10 ، به این معنی است که ماده به بخش عقبی نشت کرده و نمونه از دست می رود.1. محاسبه غلظت (C) آرسنیک تری هیدرید در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{\left( W\_{f}+ W\_{b}- B\_{f}- B\_{b} \right)}{V} , mg/m^{3}$$ |