|  |  |
| --- | --- |
| **هیدروژن کربوکسیلیک اسید** | **Hydrogen carboxylic acid** |
| **فرمول شیمیایی**: HCOOH**وزن مولکولی**:03/46 | **CAS** : 64-18-6**RTECS** : LQ4900000 |
| **اسامی مترادف**:اسیدفرمیک؛ متانوئیک اسید |
| **ویژگی ها**: مایع، بیرنگ، دارای بوی تند ادویه؛ دانسیته g/mL 22/1 در ˚c 20؛ نقطه جوش ˚c 107 ؛ فشار بخار mmHg 33 (kPa 7/4) در ˚c 20  |
| **حدمجاز**: **NIOSH**:5 ppm **ACGIH**: 5 ppm  **OSHA**: 5 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**:باید از میزان خطر هر کدام از مواد شیمیایی مورد استفاده آگاه بوده و از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کنید. با مواد شیمیایی خطرناک در زیر هود کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. استون؛ خلوص آزمایشگاهی ACS
2. آب مقطر دیونیزه
3. هیدروکسید سدیم، 50% (وزنی/حجمی)
4. محلول استخراج، NH4OH 2/0 مولار
5. حلال: Na2B4O7. 10 H2O 5/2 میلی مولار ؛ 82/3 گرم Na2B4O7. 10 H2O را در 4 لیتر آب مقطر دیونیزه با خلوص بالا حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای محلول را فیلتر کنید.
6. محلول مهار کننده: اسید سولفوریک 25 میلی نرمال
7. محلول استوک کالیبراسیون،1 میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون فرمات):1511/0 گرم سدیم فرمات (به مدت 4 ساعت در دمای ˚c 110 خشک شده و در دسیکاتور نگهداری شود) را در 100 میلی لیتر آب مقطر حل کنید.
8. هیدروژن کربوکسیلیک اسید ، 88% یا 95%
9. دی اکسان (در صورت لزوم)
10. Na2B4O7. 10 H2O 1/0 مولار ؛ 145 گرم Na2B4O7. 10 H2O را در 4 لیتر آب مقطر حل کنید. در صورت لزوم به جهت حذف مواد ذره ای بزرگتر از 1 میکرون محلول را فیلتر کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: لوله شیشه ای با طول cm 10 ، قطر خارجی mm 7 و قطر داخلی mm 4 ، که دو انتهای آن توسط حرارت بسته شده و دارای درپوش پلاستیکی می باشد؛ حاوی دو بخش 20/40 مشی سیلیکاژل (400 میلی گرم بخش جلویی و 200 میلی گرم بخش عقبی) که توسط یک لایه 4 میلی متری فوم اورتان از هم جدا شده اند. یک لایه ضخیم فایبرگلاس مقدم بر بخش جلویی لوله و یک لایه 5 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 (ORBO-53, Supelco یا انواع مشابه). پیش فیلتر پلی تترا فلورو اتیلن (PTFE) 25 میلی متری ، به همراه پد پشتیبان از جنس پلاستیک خلل و فرج دار
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 2/0 – 05/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف پلی اتیلنی یا PTFE.
3. یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی ، دستگاه ثبت نمودار و ستون
4. ویال پلی اتیلنی، 20 میلی لیتری، با در پوش پلاستیکی
5. سرنگ های پلاستیکی 10 میلی لیتری
6. فیلتر های سرنگ ، 13 میلی متری و پورسایز 45/0 میکرونی
7. میکرو پیپت مصرفی
8. پیپت، 10 میلی لیتری، با درجه بندی 1/0 میلی لیتری
9. پیپت 20 میلی لیتری
10. بالن ژوژه 100 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. قبل از نمونه برداری دو طرف نمونه بردار را سریعا شکسته 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 2/0 – 05/0 برای عبور حجم هوای 1 تا 24 لیتر انجام دهید.
4. درپوش پلاستیکی (نه لاستیکی) لوله جاذب و درپوش کاست پیش فیلتر را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. محتوی بخش جلویی (به همراه لایه فایبر گلاس) و عقبی لوله نمونه بردار را در ویال های پلاستیکی 20 میلی لیتری جداگانه ای قرار دهید. می توانید از یک میله شیشه ای برای بیرون راندن محتوی لوله استفاده کنید. لایه فوم را دور بیندازید.
2. 10 میلی لیتر آب مقطر دیونیزه به هرکدام از ویال ها اضافه کنید و درپوش آن را شل ببندید.
3. به مدت 10 دقیقه نمونه ها را در آب جوش گرم کنید، سپس آن را خنک کرده و زمانی که اسید فرمیک واجذب شد آن را آنالیز کنید.
4. برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن با ویال اتوسمپلر، بخشی از نمونه را به سرنگ مجهز به فیلتر غشایی انتقال دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 2 تا 100 میکروگرم از آنیون فرمات را درهر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در به لوله های جاذب انتقال دهید.
* عمل واجذب را مانند نمونه های اصلی انجام دهید.
* استانداردهای کاربردی را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مراحل 1-3 اندازه گیری)
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (ارتفاع پیک در برابر میکروگرم هیدروژن کربوکسیلیک اسید در mL 10 نمونه).

نکته: ضریب تبدیل مقابل را بکار گیرید: 1 μg formate = 1.022 μg formic acid1. میزان بازیافت را حداقل یک بار برای هر تعداد از لوله سیلیکاژل مورد استفاده در نمونه برداری در گستره کالیبراسیون، تعیین کنید. چهار لوله نمونه بردار برای هر پنج غلظت انتخابی و سه شاهد آماده کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک راندمان واجذب را به بخش جلویی لوله جاذب انتقال دهید.
* نمونه را همانند نمونه های اصلی آنالیز کنید.
* نموداری از بازیافت در برابر میکروگرم هیدروژن کربوکسیلیک اسید بازیافت شده ترسیم کنید.
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون و نمودار راندمان واجذب تحت کنترل هستند، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
* آنالیت( ماده مورد تجزیه): یون فرمات
* حلال: Na2B4O7. 10 H2O 5/2 میلی مولار (mL/min 2)
* جداسازی:10 میی لیتر آب مقطر دیونیزه
* حجم تزریق: Lµ 50
* ستون ها: Dionex HPIC-AG4 guard, HPIC-AS4 anion separator
1. 50 میکرولیتر از نمونه را تزریق کنید. جهت تزریق دستی mL 3 – 2 نمونه را توسط سرنگ مجهز به فیلتر غشایی تزریق کنید.

نکته: بین دفعات تزریق، ستون را توسط Na2B4O7. 10 H2O 1/0 مولار بشوئید.1. ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با حلال رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید. |
| **مداخله گرها**: - |
| **محاسبات**:1. جرم بر حسب میکروگرم هیدروژن کربوکسیلیک اسید موجود در قسمت جلویی (Wf) و عقبی (Wb) لوله نمونه اصلی و در قسمت جلویی (Bf) و عقبی (Bb) لوله شاهد را توسط منحنی کالیبراسیون 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) هیدروژن کربوکسیلیک اسید در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

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