|  |  |
| --- | --- |
| **وانادیم**  | **vanadium** |
| **نماد شیمیایی**: V**وزن اتمی**: 94/50 | **CAS** : 7440-62-2**RTECS** : YW240000 |
| **ویژگی ها**: جامد؛ نقطه ذوب ˚c 1890 |
| **حدمجاز**: **OSHA**:- **NIOSH**: 0.05 mg/m3 C **ACGIH**: -  |
| **احتیاطات ویژه**: اسیدهای غلیظ اکسید کننده های قوی و مایعات خورنده و سمی هستند. هنگام استفاده از آنها از لباس و دستکش حفاظتی استفاده کرده و در زیر هود با آن کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. هیدروکلریک اسید (HCl) غلیظ، با خلوص بالا
2. اسید نیتریک (HNO3) غلیظ، با خلوص بالا
3. محلول های استوک کالیبراسیون، µg/mL 1000. این محلول ها در بازار موجود می باشند، همچنین می توان آن را براساس دستور کمپانی سازنده در آزمایشگاه آماده کرد (مرحله 1 آماده سازی)
4. آرگون، خالص
5. آب مقطر دیونیزه شده، نوع II
6. اسید رقیق؛ 5% HNO3 ، 5% HCl. 50 میلی لیتر از HNO3 و 50 میلی لیتر از HCl را به آرامی به 600 میلی لیتر آب مقطر در یک بالن ژوژه 1 لیتری اضافه کنید. سپس آن را با آب مقطر تا حجم 1 لیتر رقیق کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر سلولز استر غشایی با پور سایز µm 8/0 و قطر 37 میلی متر ؛ در کاست نگهدارنده فیلتر
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 4 – 1 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
3. دستگاه اسپکترومتر نشر اتمی- پلاسمای آرگون جفت شده القایی (ICP-AES)
4. هیتر با دمای 95 درجه سانتیگراد
5. ظروف هضم مواد و درپوش آنها؛ 50 میلی لیتری
6. شیشه ساعت
7. پیپت
8. رگلاتور (تنظیم کننده) دو مرحله ای برای آرگون
9. انبرک
 |
| **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 4 – 1 برای عبور حجم هوای 5/2 تا 500000 لیتر انجام دهید. گرد وغبار کلی جمع شده بر روی فیلتر نباید از 2 میلی گرم تجاوز کنید (با توزین فیلتر و محاسبه اختلاف وزن آن با وزن اولیه فیلتر می توانید این مورد را بررسی کنید).
 |
| **آماده سازی**:1. فیلتر نمونه را توسط انبرک از هولدر آن خارج کرده و آن را 2 بار تا کنید و مراقب باشید نمونه از دست نرود. سپس فیلتر را به یک لوله تمیز 50 میلی لیتری مخصوص هضم گرمایی انتقال دهید.
2. 25/1 میلی لیتر HCL به لوله اضافه کرده، دهانه آن را با شیشه ساعت پلاستیکی بپوشانید و آنرا روی هیتر با دمای داخلی ˚c 95 به مدت 15 دقیقه قرار دهید.

نکته: دمای داخلی هیتر ممکن است با دمایی که نشان می دهد متفاوت باشید. قبل از استفاده از هیتر آن را کالیبره کنید.1. نمونه را از هیتر برداشته و بگذارید به مدت 5 دقیقه خنک شود. شیشه ساعت را برداشته و 25/1 میلی لیتر HNO3 را اضافه کنید. شیشه ساعت را بر دهانه لوله گذاشته و مجددا به مدت 15 دقیقه بر روی هیتر با دمای ˚c 95 قرار دهید.
2. نمونه را از هیتر برداشته و بگذارید حداقل به مدت 5 دقیقه خنک شود. شیشه ساعت را برداشته و توسط آب مقطر آن را به داخل لوله آب بکشید.
3. محلول باقیمانده را توسط آب مقطر نوع II تا حجم 25 میلی لیتر رقیق کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. اسپکترومتر را بر اساس دستور کمپانی سازنده کالیبره کنید. برای کالیبره کردن آن از ماتریکس اسید رقیق 5% HNO3 ، 5% HCl استفاده کنید.
2. به ازای هر 10 نمونه یک استاندارد را مورد آنالیز قرار دهید.
3. به ازای هر 20 نمونه یک نمونه شاهد و به ازای هر 10 نمونه یک شاهد آزمایشگاهی را مورد آنالیز کنید.
4. میزان بازیافت ها را با استفاده از حداقل 2 فیلتر شاهد spike به ازای هر 10 نمونه مورد بررسی قرار دهید.
 |
| **اندازه گیری**:1. دستگاه اسپکترومتر را برای آنالیز وانادیم تنظیم کنید.
2. استاندارد ها و نمونه ها و شاهدها را مورد آنالیز قرار دهید.

نکته: اگر مقدار نمونه بالاتر از گستره منحنی استانداردهای کاربردی بود، با اسید رقیق نمونه ها را رقیق کرده و مجددا آنالیز کنید و یک ضریب ترقیق مناسب در محاسبات وارد کنید.  |
| **مداخله گرها**:مداخله گرهای طیفی در آنالیز به روش ICP-AES مداخله گرهای اصلی به شمار می روند. این مداخلات با انتخاب طول موج مناسب، ضریب تصحیح مناسب بین عنصری و تصحیح زمینه به حداقل می رسد. |
| **محاسبات**:1. غلظت محلول برای هر نمونه اصلی (Cs) و نمونه شاهد (Cb) را بر حسب µg/mL توسط دستگاه تعیین کنید.
2. با استفاده از حجم محلول نمونه اصلی (Vs) و نمونه شاهد (Vb) بر حسب mL ، غلظت (C) وانادیم را بر حسب mg/m3 در حجم هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر محاسبه کنید:

$$C= \frac{C\_{s}V\_{S}- C\_{b}V\_{b}}{V} ^{mg}/\_{m^{3}}$$  |