

❖ اندازه گیری کروم شش ظرفیتی (متود ۷۶۰۰)

صفحه

فهرست مطالب

• نمونه برداری

۳	کالیبراسیون پمپ نمونه برداری
۳	کاست های نمونه برداری
۴	نمونه بردار مورد استفاده
۴	روش نمونه برداری

• آماده سازی

۵	تهیه محلول استاندارد مادر(استوک)
۵	تهیه محلول استانداردهای کاربردی
۵	تهیه محلولهای مورد نیاز
۸	استخراج کروم شش ظرفیتی بدون حضور آهن و سایر مداخله گرها
۸	استخراج کروم شش ظرفیتی با حضور آهن و سایر مداخله گرها

• آنالیز نمونه ها

۹	شرایط دستگاه اسپکتروفتومتری
۱۰	رسم منحنی کالیبراسیون
۱۰	تعیین غلظت نمونه ها
۱۱	محاسبات نهایی
۱۱	بررسی دقت اندازه گیری

❖ اندازه گیری کروم کل (متود ۷۰۲۴)

صفحه

فهرست مطالب

• نمونه برداری

۱۲	کالیبراسیون پمپ نمونه برداری
۱۲	کاست های نمونه برداری
۱۲	نمونه بردار مورد استفاده
۱۲	روش نمونه برداری

• آماده سازی

۱۲	تهیه محلول استاندارد مادر(استوک)
۱۳	تهیه محلول استانداردهای کاربردی
۱۳	تهیه محلولهای مورد نیاز
۱۳	استخراج کروم کل

• آنالیز نمونه ها

۱۳	شرایط دستگاه جذب اتمی
۱۴	رسم منحنی کالیبراسیون
۱۴	تعیین غلظت نمونه ها
۱۴	محاسبات نهایی
۱۴	بررسی دقت اندازه گیری

اندازه گیری کروم شش ظرفیتی براساس روش NIOSH ۷۶۰۰ (اسپکتروفتومتری UV-VIS)

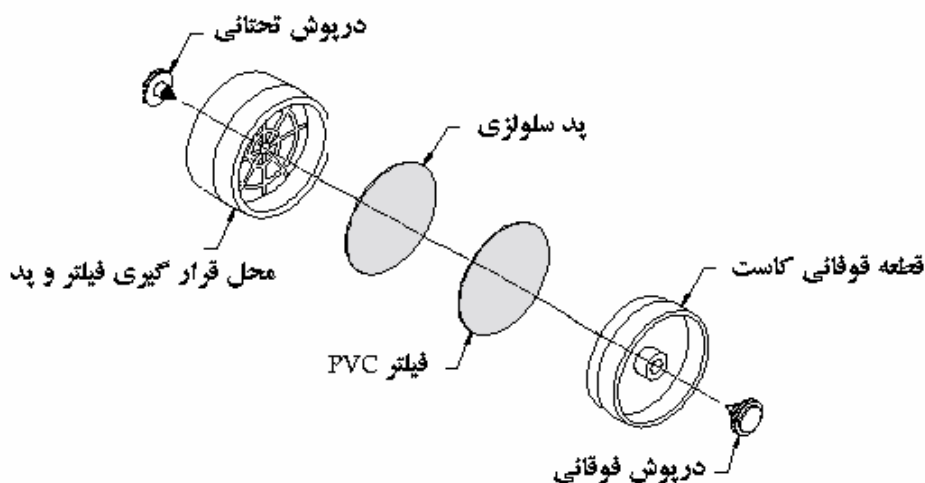
نمونه برداری:

کالیبراسیون پمپ نمونه برداری

پمپ های مورد استفاده از نوع پمپ نمونه برداری فردی باشد. پمپ های مورد استفاده همیشه قبل از شروع کار تحت شارژ قرار گرفته طبق اصول نمونه برداری پمپ های مذکور در قبل و بعد از نمونه برداری مورد کالیبراسیون قرار گیرند و بر روی دبی ۲ تا ۴ لیتر تنظیم گردند. کالیبراسیون با استفاده از فلومتر حباب صابون و قرار دهی هولدر های حاوی فیلتر در مسیر عبور جریان هوا به پمپ صورت گیرد.

کاستهای نمونه برداری

در روش مورد استفاده در اندازه گیری کروم شش ظرفیتی (NIOSH 7600) نمونه برداری ها با استفاده از کاست های روبرسته با قطر داخلی ۳۷ میلی متر، از جنس پلی استایرن انجام می شود. کاست روبرسته ۳۷ میلی متری در بسیاری از مطالعات انجام شده در زمینه نمونه برداری از فیوم های جوشکاری و آبکاری ها مورد استفاده واقع شده است. در این کاست هوا از طریق یک ورودی با قطر داخلی ۴ میلی متر از روی فیلتر عبور میکند. هر چند از این کاست در دبی های مختلف نمونه برداری میتوان استفاده نمود اما به توصیه سازمان NIOSH دبی ۲ لیتر بر دقیقه برای نمونه برداری با این کاست تعیین گردید.



شکل فوق - طرح شماتیک هولدر مورد استفاده و نحوه قرار گیری فیلتر

طبق توصیه روش مورد استفاده و همچنین سایر مطالعات صورت گرفته قبل از قرار دادن فیلتر در کاست ها جهت نمونه برداری باید هولدر ها را به خوبی از آلودگی های احتمالی تمیز نمود. روش NIOSH ۷۶۰۰ غوطه ور کردن هولدر ها در اسید نیتریک ۵۰ درصد برای مدت چند دقیقه و سپس شستشو دادن آنها با آب مقطر را توصیه کرده است.

فیلتر های مورد استفاده در این روش باید به همراه پد محافظ به کار روند. بنابراین قبل از قرار دهی فیلتر ها در قسمت تحتانی کاست، ابتدا پد (که از تولیدات شرکت سازنده فیلتر است) در قسمت تحتانی قرار گرفته سپس فیلتر با استفاده از پنس در روی پد قرار گیرد و دهانه فوقانی کاست به طور محکم روی آن جا گیرد. جهت اطمینان از عدم ایجاد نشتی هوا از اطراف درز محل قرار گیری دهانه فوقانی بر روی قطعه تحتانی کاست، این ناحیه با چسب کاغذی به طور محکم پوشانده شود تا احتمال هر گونه نشتی از این منطقه به حداقل خود برسد.

فیلتر مورد استفاده و روش نمونه برداری:

مطابق با روش مورد استفاده (NIOSH 7600) از فیلتر PVC با قطر ۳۷ میلی متر و پور سایز ۵ میکرو متر استفاده شود. نمونه ها را در میزان فلوی ۱ تا ۴ لیتر در دقیقه و برای حجم ۸ تا ۴۰ لیتر دقت خوبی دارند. میزان گرد و غبار جمع شده روی هر فیلتر نباید از ۱ میلی گرم تجاوز نماید.

فیلتر را بعد از گذشت ۱ ساعت نمونه برداری از کاست با انبرک پلاستیکی برداشته و آن را در یک شیشه کوچک قرار داده و به آزمایشگاه منتقل نمایید.

تهیه نمونه شاهد: از همان کاست آماده شده جهت نمونه برداری برای نمونه برداری شاهد استفاده کرده به محل اندازه گیری میبریم فقط به جریان پمپ وصل نمی کنیم.



شکل فوق: نشتی از فیلتر ها بر روی پد در اثر باردهی بیش از حد به فیلتر

آماده سازی نمونه:

محلول استاندارد ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر شش ظرفیتی

برای تهیه این محلول باید مقدار ۱ گرم کروم را در ۱۰۰۰ سی سی آب حل نمود. بدین منظور مقدار ۳/۷۳۵ گرم ماده جامد $K_2Cr_2O_7$ که دارای ۱ گرم کروم است، در بالن ژوژه یک لیتری ریخته و آن را به حجم یک لیتر برسانید. از آنجا که هر مول دی کرومات پتاسیم ۲۹۴ گرم وزن دارد. و وزن ملکولی هر مول کروم نیز ۵۲ است، بنابراین هر مول کرومات پتاسیم حاوی ۱۰۴ گرم کروم است.

۱۰۴ گرم کروم ۲۹۴ دی کرومات پتاسیم

۱ گرم کروم ۲/۸۲۹ گرم دی کرومات پتاسیم = X

با ترازوی دقیق این مقدار از دی کرومات پتاسیم را برداشته سپس در آب دی یونیزه حل کرده و سپس با آب دی یونیزه به حجم ۱ لیتر میرسانیم. و یا از کرومات پتاسیم K_2CrO_4 استفاده میکنیم با ستفاده از روش فوق ۳,۳۷ گرم از کرومات را باید وزن در آب دیونیزه حل و به حجم برسانیم.

تهیه استانداردهای کاربردی :

ابتدا یک محلول استاندارد ۱۰ میکروگرم بر میلی لیتر را میسازیم بدین طریق که ۱ سی سی از محلول استوک در بالن ژوژه ۱۰۰ سی سی با آب دی یونیزه به حجم میرسانیم. سپس از آن برای تهیه استانداردهای کاربردی استفاده میکنیم :

۶ تا ۷ سی سی اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال را داخل بالن ژوژه های ۲۵ سی سی میریزیم سپس از استاندارد ۱۰ میکروگرم بر میلی لیتر مقادیر ۰ تا ۰,۷ سی سی برداشته در بالن ژوژه ها ریخته بعد نیم سی سی دی فنیل کاربازید ریخته و با اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال به حجم میرسانیم. استانداردهای تهیه شده حاوی ۰ تا ۷ میکروگرم کروم میباشد.

تهیه محلولهای مورد نیاز:

اسید سولفوریک ۶ نرمال

اسید سولفوریک دارای جرم ملکولی ۹۸ میباشد. هرملکول گرم از این اسید معادل ۲ نرمال میباشد بنابراین برای تولید محلول ۶ نرمال اسید سولفوریک لازم است تا محلول ۳ مولار از آن تهیه گردد. اسید سولفوریک مصرفی در این مطالعه از محصولات شرکت Merck بوده و دارای خلوص ۹۶٪، دانسیته ۱/۸۴ کیلوگرم بر لیتر میباشد. بنابراین برای تهیه محلول ۶ نرمال از این اسید نیازمند برداشتن ۱۶۶/۴۴

میلی لیتر از اسید سولفوریک غلیظ ۹۶٪ و رقیق سازی آن تا حجم ۱ لیتر میباشیم. قابل ذکر است تمام مراحل تهیه محلول ها و سایر فعالیت های آزمایشگاهی موجود در این پژوهش جهت رعایت نکات ایمنی و بهداشتی در زیر هود و با وسایل استحفاظی مناسب صورت پذیرفت.

۲ نرمال ۹۸ گرم (۱مول H₂SO₄)
 ۶ نرمال X= ۲۹۴ گرم

۹۶ ۱۰۰
 ۲۹۴ X = ۳۰۶/۲۵ گرم

۱ میلی لیتر ۱/۸۴ گرم
 ۱۶۷ میلی لیتر X= ۳۰۶/۲۵ گرم

$$N = \frac{10Pd}{E}$$

روش دوم استفاده از فرمول :

N: نرمالیت

P: درصد خلوص

d: دانسیته یا جرم حجمی

E: اکی والان برابر است با جرم ملکولی تقسیم بر ظرفیت

$$N = \frac{10 * 96 * 1}{84}$$

۴۹

نرمالیت اسید ۳۶/۴۲ نرمال بدست می آید

بعد از رابطه $N1V1 = N2V2$ مقدار حجم از اسید غلیظ که با برداریم بدست می آید

$$36 * V1 = 6 * 1000 \quad \text{مقدار حجم ۱۶۷ میلی لیتر بدست می آید.}$$

اسید سولفوریک ۰/۵ نرمال

جهت تهیه اسید سولفوریک ۰/۵ نرمال از مواد و روشی مشابه تولید اسید سولفوریک ۶ نرمال، استفاده نمودیم. برای این منظور ۲۴/۹۱ میلی لیتر از اسید غلیظ را درون بالن ژوژه ۱ لیتر ریخته و با آب مقطر به حجم ۱ لیتر رساندیم.

۲ نرمال ۹۸ گرم (۱مول H₂SO₄)
 ۰/۵ نرمال X= ۲۴/۵ گرم

۹۶ ۱۰۰
 ۲۴/۵ X = ۲۵/۵۲ گرم

۱ میلی لیتر
X= ۱۴ میلی لیتر

۱/۸۴ گرم
۲۵/۵۲ گرم

محلول ۲٪ سود سوزآور و ۳٪ کربنات سدیم

از محلول فوق در روش استخراج قلبیایی بر اساس روش ۷۶۰۰ سازمان NIOSH جهت استخراج کروم شش ظرفیتی از روی فیلترها استفاده می گردد. برای تولید محلول استخراج باید ۲٪ وزنی محلول را ماده جامد سود سوزآور (NaOH) و ۳٪ وزنی آن را پودر خشک کربنات سدیم (Na_2CO_3) تشکیل دهد. با فرض اینکه هر دوی مواد مصرفی فوق دارای درصد خلوص ۹۹٪ باشند. بنابراین برای تولید محلول استخراج نیازمند استفاده از ۳۰/۳ گرم کربنات سدیم و ۲۰/۲ گرم سود سوزآور جامد، سپس مخلوط کردن آنها و رساندن حجم محلول درون بالن ژوژه به ۱ لیتر میباشیم. محلول حاصل بافر بوده و هر روز تولید میگردد.

محاسبات:

برای Na_2CO_3 :

۹۹ گرم ماده خالص
۳۰ گرم ماده خالص

۱۰۰ گرم ماده جامد مصرفی
X= ۳۰/۳ گرم ماده جامد

برای NaOH:

۹۹ گرم ماده خالص
۲۰ گرم ماده خالص

۱۰۰ گرم ماده جامد مصرفی
X= ۲۰/۲ گرم ماده جامد

محلول استخراج: اسید سولفوریک نرمال ۵، ۰، ۰ و محلول ۲٪ سود و ۳٪ کربنات سدیم به عنوان محلول استخراج است.

تهیه معرف دی فنیل کاربازید

این محلول به علت نیمه عمر محدود خود به صورت هفتگی ساخته و مورد استفاده قرار میگیرد. برای تهیه محلول فوق مقدار ۵۰۰ میلی گرم از پودر خشک دی فنیل کاربازید را برداشته و درون بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری میریزیم. در روش شماره ۷۶۰۰ سازمان NIOSH توصیه شده است که برای ساختن این محلول از حجم مساوی آب و استون استفاده گردد. البته قبل از اضافه نمودن حلال های فوق به پودر خشک دور ظرف حاوی محلول را با فویل آلومینیومی پوشانده تا از رسیدن نور به محلول جلوگیری گردد. پس از آن همان طور که گفته شد ۱۰۰ میلی لیتر استون و ۱۰۰ میلی لیتر آب به ظرف مورد نظر اضافه شده و محلول به خوبی به هم زده میشود. محلول تهیه شده را

باید در یخچال و دور از نور نگه داشت، رنگ محلول طبیعی پس از تولید زرد بسیار کم رنگ می باشد. اگر محلول در اثر هر گونه آلودگی یا تغییر ساختاری تغییر رنگ داد قابل استفاده نیست و باید دور ریخته شود.

محلول اسید نیتریک ۵۰:۵۰

طبق توصیه روش مورد استفاده (NIOSH 7600) و سایر روش ها جهت شستشو و تمیز سازی ظروف شیشه ای مورد استفاده در فرایند تجزیه و هولد های نمونه برداری ، باید از اسید نیتریک ۵۰:۵۰ استفاده نمود. برای تهیه این محلول حجم مساوی از اسید نیتریک را با حجم مساوی از آب مخلوط می نماییم . در هنگام لزوم باید ظروف و وسایل مورد استفاده را مدت چند دقیقه در اسید نیتریک خواباند تا رفع آلودگی شود. در رقیق سازی اسید ها با آب باید رعایت جوانب ایمنی را نمود. برای ایمنی بیشتر ابتدا مقدار کمی آب در ته ظرف مورد نظر میریزیم سپس کمی اسید اضافه کرده و این کار را به تدریج تکرار نموده تا رقیق سازی کامل شود.

آب مقطر

آب مقطر مورد استفاده بایستی دوبار تقطیر و دیونیزه شده باشد که بایستی توسط آب مقطر گیری مجهز به رزین تهیه شود.

استخراج آلاینده از فیلتر حاوی کروم بدون حضور آهن :

شاهد و فیلتر نمونه برداری را از شیشه خارج نمایید. سپس آن را درون لوله سانتریفیوژ قرار دهید. ۶ تا ۷ میلی لیتر اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال را در هر لوله وارد نمایید ، پوشش آن را بگذارید و آن را تکان دهید. تا تمام سطوح فیلتر شسته شود. اجازه دهید فیلتر ۵ تا ۱۰ دقیقه درون لوله بماند. فیلتر را از لوله با انبرک پلاستیکی خارج کنید و با دقت سطوح آن را با ۱ سی سی اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال بشویید. و فیلتر را دور بیندازید.

در صورت وجود گردوغبار نیاز به فیلتراسیون محلول بدست آمده می باشد لذا محلول را از سیستم فیلتراسیون (کیف بوختر) عبور دهید و چند بار ظرف را با ۲ تا ۳ سی سی اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال شستشو دهید و محلول فیلتر شده را به بالون ژوزه ۲۵ سی سی انتقال داده و ۰,۵ سی سی دی فنیل کاربازید اضافه کرده و سپس با اسید سولفوریک ۰,۵ نرمال به حجم ۲۵ سی سی برسانید و تکان دهید و در مدت ۲ تا ۴۰ دقیقه برای آنالیز فرصت دارید . محلول را به کورت ۵ سانتیمتری انتقال داده و جذب را قرائت کنید .

استخراج آلاینده از فیلتر حاوی کروم با حضور آهن :

توجه: اگر میزان کروم ۳ مقدار معنی داری بود محلول را می جوشانید تا هر گونه گاز موجود در آن آزاد گردد مدت جوشاندن همراه با نیتروژن به مدت ۵ دقیقه باشد.

فیلتر را ز بطری برداشته و آن را در بشر ۵۰ سی سی قرار دهید و ۵ سی سی محلول ۲٪ هیدروکسید سدیم و ۳٪ کربنات سدیم روی آن بریزید. بشر را توسط شیشه شفاف بپوشانید و همراه بانیتروژن دهی به مدت ۵ دقیقه بجوشانید و سپس آن را تا نزدیک نقطه جوش برای ۳۰ تا ۴۵ دقیقه گرم نگاه دارید. اجازه ندهید محلول بخار شده و خشک شود زیرا ترکیبات کروم به علت واکنش با فیلتر از دست می روند و ایجاد لکه قهوه ای رنگ دلیل از دست رفتن کروم است .

محلول را خنک کرده و آن را به بالون ژوزه ۲۵ میلی لیتر انتقال دهید در صورت ایجاد محلول شیری رنگ با استفاده از سیستم فیلتراسیون آن را فیلتر نمائید سپس ۱.۹ سی سی از محلول اسید سولفوریک ۶ نرمال را به آن اضافه کرده و مخلوط نمائید ۵.۰ میلی لیتر دی فنیل کاربازید را اضافه کرده و سپس با آب دی یونیزه به حجم برسانید. توجه: کربن دی اکسید باعث افزایش فشار درون فلاسک می گردد. لذا نیمی از محلول را داخل ظرف دیگری بریزد و تکان دهید و درفاصله تکان دادن در ظرف رابردارید تا گاز کربن دی اکسید خارج گردد و چند دقیقه فرصت دهید تا تغییر رنگ ایجاد شود سپس به کوت انتقال داده و آنالیز نمائید .

آنالیز

دستگاه اسپکتروفوتومتر:

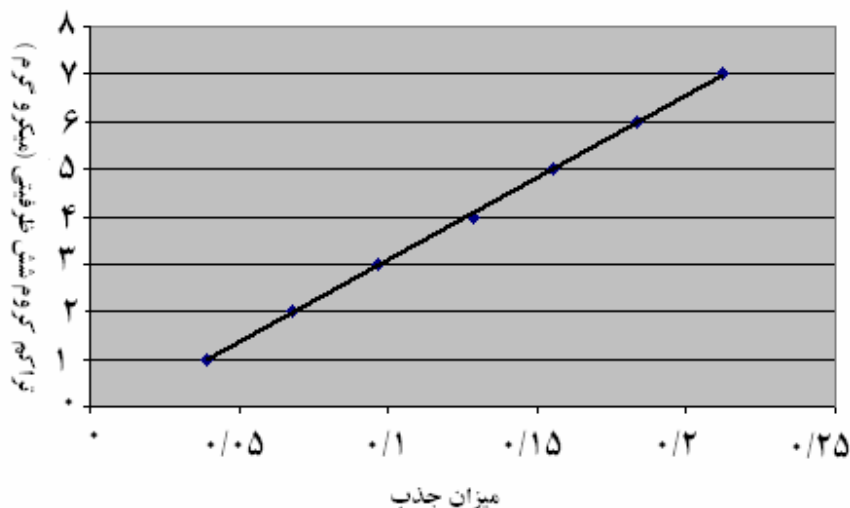
برای اندازه گیری جذب نوری کمپلکس رنگی ایجاد شده در ناحیه طیفی مورد نظر از دستگاه اسپکتروفوتومتر مرئی/ ماوراء بنفش استفاده شود.

جهت اندازه گیری جذب نمونه ها توسط این دستگاه، پس از روشن نمودن دستگاه ابتدا نمونه به کوت شیشه ای انتقال داده شده و در ناحیه طول موجی مرئی اسکن می گردد. عمل اسکن کردن به این علت صورت می پذیرد تا طول موجی که در آن بیشترین جذب وجود دارد انتخاب شود. البته در روش ۷۶۰۰ سازمان NIOSH طول موج ۵۴۰ نانومتر برای آنالیز توصیه شده است. سایر مقالات و متون علمی نیز بیشترین جذب کمپلکس رنگی کروم با دی فنیل کاربازید را در ۵۴۰ نانومتر ذکر کرده اند. یافته های حاصل از اسکن نمونه ها در ناحیه طول موج مرئی نیز موید این یافته ها است بنابراین در عمل نیاز به انجام این مرحله نیست.

برای اندازه گیری جذب نمونه ها در طول موج انتخاب شده ابتدا با محلول شاهد دستگاه را روی جذب صفر تنظیم کرده سپس نمونه را به دستگاه داده و جذب قرائت شود.

رسم منحنی کالیبراسیون

برای رسم منحنی کالیبراسیون طبق توصیه روش نمونه برداری مورد استفاده (NIOSH 7600) یک میلی لیتر از محلول ۱۰۰۰ میکرو گرم بر میلی لیتر کروم شش ظرفیتی را برداشته ، در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتر ریخته و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر رساندیم . در این هنگام از محلول ۱۰ میکروگرم بر میلی لیتر تهیه شده به ترتیب مقدار ۰/۷ تا ۰/۷ میکروگرم است برداشته و در بالن های ۲۵ میلی لیتری جداگانه ریختیم. البته طبق توصیه روش مورد استفاده قبل از ریختن محلول استاندارد کروم در بالن ژوژه ها ابتدا حدود ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک ۰/۵ نرمال در آنها ریخته و سپس محلول استاندارد را اضافه میکنیم. پس از اضافه نمودن محلول استاندارد به هر کدام از بالن ها به هر کدام از آنها ۰/۵ میلی لیتر محلول دی فنیل کاربازید اضافه مینماییم. پس از این مرحله بالن ها را با اسید سولفوریک ۰/۵ نرمال به حجم میرسانیم . محلول های بدست آمده را مطابق با روش قرائت مورد استفاده برای نمونه ها با دستگاه اسپکتروفوتومتر قرائت کرده و جذب های بدست آمده را جهت رسم منحنی کالیبراسیون و معادله آن و همچنین R با برنامه EXCEL محاسبه شد.



$$y = 34.591x - 0.3644$$

$$R^2 = 0.9997$$

(شکل فوق: یکی از منحنی های کالیبراسیون رسم شده برای قرائت نمونه های معلوم حاوی کروم شش ظرفیتی توسط اسپکتروفوتومتر)

تعیین غلظت نمونه ها:

برای محاسبه غلظت کروم شش ظرفیتی از نمونه های گرفته شده در شرایط مختلف عملیاتی ، مقدار جذب های قرائت شده از هر نمونه در معادله رگرسیون مربوط به منحنی کالیبراسیون دستگاه قرار داده شد و غلظت خام بدست آمد.

محاسبات نهایی :

با استفاده از فرمول از مقادیر غلظت خام بدست آمده غلظت های بدست آمده از نمونه های شاهد فیلد و آزمایشگاه کم میگردند. و برحجم هوای نمونه برداری تقسیم شده و مقدار آلاینده در هوای محیط کار بر حسب میلیگرم برمتر مکعب بدست می آید .

$$C = \frac{\text{microgram (S)} - \text{microgram (B)}}{V}$$

C : غلظت برحسب میکروگرم برلیتر یا میلی گرم برمتر مکعب

S : غلظت نمونه

B : غلظت شاهد

V : حجم بر حسب لیتر

تعیین دقت

برای بررسی دقت در مراحل کار باید یک استاندارد کاربردی را بعد از آماده سازی چند باربه دستگاه داده و قرائت مقدار جذب آن را تکرار می نماییم. سپس از مقادیر جذب میانگین گرفته و انحراف معیار رابدست می آوریم که هرچه انحراف معیار به صفر نزدیک باشد دقت بیشتر است .

اندازه گیری کروم کل براساس روش NIOSH ۷۰۲۴ (دستگاه جذب اتمی)

نمونه برداری :

کالیبراسیون پمپ نمونه برداری
همانند روش ۷۶۰۰ است

کاست های نمونه برداری
همانند روش ۷۶۰۰ است

فیلتر مورد استفاده:

طبق متد فقط فیلتر کاربردی از نوع سلولز استر بوده و در اینجا نیازی به پد نگهدارنده نیست .

روش نمونه برداری:

همانند روش ۷۶۰۰ است

آماده سازی نمونه

محلول استاندارد ۱۰۰۰ میکروگرم بر میلی لیتر کروم

برای تهیه این محلول باید مقدار ۱ گرم کروم را در ۱۰۰۰ سی سی آب حل نمود. بدین منظور مقدار $\frac{3}{735}$ گرم ماده جامد $K_2Cr_2O_7$ که دارای ۱ گرم کروم است، در بالن ژوژه یک لیتری ریخته و آن را به حجم یک لیتر برسانید.
از آنجا که هر مول دی کرومات پتاسیم ۲۹۴ گرم وزن دارد. و وزن ملکولی هر مول کروم نیز ۵۲ است ، بنابراین هر مول کرومات پتاسیم حاوی ۱۰۴ گرم کروم است.

۲۹۴ دی کرومات پتاسیم

۱۰۴ گرم کروم

$X = \frac{2}{829}$ گرم دی کرومات پتاسیم

۱ گرم کروم

با ترازوی دقیق این مقدار از دی کرومات پتاسیم را برداشته سپس در آب دی یونیزه حل کرده و سپس با آب دی یونیزه به حجم ۱ لیتر میرسانیم.

و یا از کرومات پتاسیم K_2CrO_4 استفاده میکنیم با استفاده از روش فوق ۳,۳۷ گرم از کرومات را باید وزن در آب دیونیزه حل و به حجم برسانیم .

تهیه استانداردهای کاربردی :

از استاندارد استوک استانداردهای کاربردی از ۰ تا ۲۰۰ میکرو گرم / میلی لیتر کروم را میسازیم و به حجم رسانی با استفاده از اسید نیتریک ۵٪ در بالون ژوزه ۱۰۰ سی سی میباشد .

تهیه محلولهای مورد نیاز:

اسید نیتریک ۵٪

چون اسید صدر صد خالص نیست اسید نیتریک معمولاً ۶۷٪ است لذا با استفاده از تناسب زیر

محاسبات:

۶۷ سی سی خالص ۱۰۰ سی سی اسید ناخالص

۵ سی سی اسید خالص ۷,۶۴ گرم ماده جامد X=

۷,۶۴ سی سی ماده در بالون ژوزه ۱۰۰ به حجم میرسانیم و

چون یک لیتر می‌خواهیم بایستی ۷,۶۴ سی سی برداریم در متد ۵۰ سی سی گفته شده چون اسید صدر در صد خالص است .

استخراج آلاینده از فیلتر حاوی کروم

* فیلتر را از کاست نمونه برداری به بشر انتقال داده و ۳ سی سی اسید کلریدریک غلیظ روی آن ریخته و با شیشه ساعتی درب آن را پوشانده و روی هات پلیت در دمای ۱۴۰ درجه سانتیگراد حرارت میدهیم تا غلظت به ۰,۵ سی سی برسد و ۲ بار این مرحله را تکرار میکنیم

* سپس ۳ سی سی اسید نیتریک غلیظ اضافه کرده با شیشه ساعت پوشانده و روی هات پلیت در دمای ۱۴۰ درجه سانتیگراد حرارت میدهیم تا غلظت به ۰,۵ سی سی برسد و ۲ بار این مرحله را تکرار میکنیم

* محلول را سرد کرده و به لوله های ۱۵ سی سی انتقال داده و باقیمانده را با ۱ سی سی نیتریک غلیظ شسته و بداخل لوله میریزیم سپس لوله های حاوی محلول را با آب دیونیزه به حجم ۱۵ سی سی میرسانیم
* با دستگاه جذب را میخوانیم

آنالیز:

دستگاه اتمیک ایزروپشن :

دستگاه را با استفاده از لامپ کروم و در طول موج ۳۵۷,۹ تنظیم میکنیم .

رسم منحنی کالیبراسیون :

استاندارهای کاربردی را به دستگاه مید هیم و منحنی کالیبراسیون را میکشیم (همانند روش اسپکتروفتومتری)

تعیین غلظت نمونه ها :

پس از آماده سازی کامل دستگاه و بدست آوردن بهترین شرایط نمونه ها را آنالیز میکنیم ، در اینجا نیز صحت - دقت - درصد

بازیافت نیز بدست میآوریم

نکته : حد تشخیص : جهت بدست آوردن حد تشخیص ، کمترین استاندارد کاربردی را به غلظتهای مختلف رقیق نموده تا غلظتی که

بتوان با دستگاه اتمیک مقدار جذب آن را قرائت نمود - کمترین غلظتی که مقدار آن قابل تشخیص باشد آن غلظت حد تشخیص

دستگاه برای کروم میباشد.

محاسبات نهایی :

مقدار غلظت بدست آمده در این روش برحسب میکروگرم بر میلی لیتر است لذا میکروگرم غلظت آلاینده از رابطه زیر بدست می آید

غلظت بر حسب میکروگرم = حجم استخراج (حجم نمونه) بر حسب میلی لیتر * غلظت بر حسب میکروگرم بر میلی لیتر

$$C = \frac{\text{microgram}(S) - \text{microgram}(B)}{V}$$

V

C : غلظت بر حسب میکروگرم بر لیتر یا میلی گرم بر متر مکعب

S : غلظت نمونه

B : غلظت شاهد

V : حجم بر حسب لیتر

بررسی دقت :

برای بررسی دقت در مراحل کار باید یک استاندارد کاربردی را بعد از آماده سازی چند بار به دستگاه داده و قرائت مقدار جذب آن را تکرار

می نماییم. سپس از مقادیر جذب میانگین گرفته و انحراف معیار را بدست می آوریم که هرچه انحراف معیار به صفر نزدیک باشد دقت

بیشتر است