



جمهوری اسلامی ایران

وزارت بهداشت ، درمان و آموزش پزشکی

معاونت بهداشتی

مرکز سلامت محیط و کار

دستورالعمل اندازه گیری آرسنیک ، جیوه و سرب در

آب آشامیدنی

اداره بهداشت آب و فاضلاب

فروردین 1389



جمهوری اسلامی ایران
وزارت بهداشت ، درمان و آموزش پزشکی
معاونت بهداشتی
مرکز سلامت محیط و کار

**دستورالعمل اندازه گیری آرسنیک ، جیوه و سرب
در آب آشامیدنی**

تهیه کنندگان
اقدس خیری
مهندس غلامرضا شقاقی
مهندس پروین بینای مطلق

عناوین

مقدمه

- ۲..... اندازه گیری فلز آرسنیک با دستگاه Dr 5000
- ۱۰..... اندازه گیری جیوه با دستگاه Dr5000
- ۲۲..... اندازه گیری سرب به روش استخراج ستون سریع با دستگاه Dr 5000
- ۳۱..... اندازه گیری فلز سرب به روش دی تیزون با دستگاه Dr 5000
- ۴۰..... اندازه گیری سرب (Pb) به روش دی تیزون
- ۴۵..... اندازه گیری فلزات با دستگاه اتمیک ابزوربشن - هضم فلزات
- ۴۶..... هضم فلزات با HNO₃- HCL
- ۴۷..... روش هضم فلزات با اسید نیتریک
- ۴۳..... اندازه گیری سرب (Pb) با روش دی تیزون
- ۴۸..... اندازه گیری فلز جیوه ، روش اسپکتروفتومتری جذب اتمی به روش بخار سرد
- ۵۴..... منابع

مقدمه

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی متولی تأمین و حفظ سلامتی مردم است، و در این راستا نظارت و کنترل کیفی آب آشامیدنی از نقطه آبرگیر تا مصرف توسط دانشگاهها و دانشکده‌های علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی سراسر کشور صورت می‌گیرد.

کیفیت آب آشامیدنی از جنبه‌های فیزیکی، شیمیایی و میکروبی و رادیو نوکلئیدی مورد توجه است. هر یک از این عوامل خصوصاً شیمیایی طیف وسیعی از عناصر را شامل می‌شوند که حد مجاز برای آنها تعریف شده است (مطابق استاندارد ملی به شماره 1053) عوامل متعددی باعث تغییر کیفیت آب و افزایش میزان آنها به بیش از حد مجاز و استاندارد می‌شود که از جمله می‌توان به ورود فاضلابهای شهری، صنعتی و پسابهای کشاورزی به منابع آب اشاره کرد.

نظارت وزارت بهداشت براساس استانداردهای ملی و دستورالعملها انجام می‌گیرد. نمونه برداریها براساس نوع آلاینده، جمعیت تحت پوشش، نوع منبع آب، وضعیت تأسیسات، عوامل خطر بالقوه و ... تعیین می‌شود که معمولاً برای عوامل فیزیکی و میکروبی با تواتر کمتر و عوامل شیمیایی بدلیل پایداری بیشتر این عوامل با تواتر طولانی تر انجام می‌شود. برای اینکه پایشها و اندازه گیریهای بعمل آمده دارای اعتبار بوده و بتوان با توجه به نتایج آزمایشها در خصوص وضعیت آب آشامیدنی اظهار نظر نمود لازم است اندازه گیریها و آزمایشها بر اساس روشهای استاندارد باشد. برای دستیابی به این هدف اداره بهداشت آب و فاضلاب مرکز سلامت محیط و کار اقدام به تدوین دستورالعملهای روشهای اندازه گیری عوامل مختلف در آب آشامیدنی بر اساس مراجع معتبر می‌نماید. در این راستا و با توجه به برنامه عملیاتی اداره بهداشت آب و فاضلاب در سال 1388 برای سنجش عناصر آرسنیک جیوه و سرب در آب آشامیدنی مناطق شهری کشور اقدام به تهیه دستورالعمل جاری نموده است. ارائه نقطه نظرات و پیشنهادهای در این خصوص می‌تواند راهگشا باشد.

اندازه گیری فلز آرسنیک با دستگاه Dr 5000

روش دی اتیل دی تیوکاربامات نقره

محدوده قابل اندازه گیری با دستگاه (0 to 0/2 mg/L As)

این روش برای آب ، فاضلاب و آب دریا ، نیازه تقطیر دارد؛ سازمان حفاظت محیط زیست آمریکا این روش را برای آنالیز آب آشامیدنی و فاضلاب به همراه عملیات هضم توصیه نموده است .

این روش با روش شماره 206.4 سازمان حفاظت محیط زیست آمریکا برای فاضلاب و روش شماره AS- 3500 استاندارد متد، برای آنالیز آب آشامیدنی مطابق می باشد .

مقدار مورد نیاز

مواد لازم

	محلول استاندارد 1000 میلی گرم در لیتر As
25 میلی لیتر	هیدروکلریک اسید
1 میلی لیتر	محلول استات سرب 10%
20%	محلول یدید پتاسیم
50 میلی لیتر	پیریدین
1 گرم	دی اتیل دی تیوکاربامات نقره *
1 میلی لیتر	محلول استانو کلراید
6 گرم	روی ، سایز 20

آماده سازی نمونه

قبل از شروع آزمایش کارهای ذیل را انجام دهید :

برنامه User Programming را از منوی اصلی دستگاه Dr5000 انتخاب کنید.

تهیه محلول جاذب آرسنیک :

- 1- یک گرم دی ایتل دی تیوکاربامات نقره را با ترازوی آنالیتیکال وزن کنید .
- 2- ماده را درون بالن ژوژه 200 میلی لیتر با محلول پیریدین به حجم 200 میلی لیتر برسانید. حجم رسانی محلول در زیر هود با دستکش مقاوم در برابر مواد شیمیایی انجام شود . *MSDS پیریدین را قبل از استفاده بخوانید .
- 3- محلول را خوب مخلوط کنید ، این محلول در ظرف تیره با درپوش محکم تا یکماه قابل نگهداری و استفاده می باشد .

تهیه استاندارد:

- 1- استاندارد 10 میلی گرم در لیتر آرسنیک بسازید : 10 میلی لیتر از محلول استاندارد 1000 میلی گرم در لیتر آرسنیک را درون بالن 1 لیتری ریخته و با آب مقطر به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .
- 2- به ترتیب مقادیر 1 ، 2 ، 10 میلی لیتر از محلول استوک 10 میلی گرم در لیتر آرسنیک با استفاده از پی پت درون سه بالن ژوژه 500 میلی لیتر بریزید و با آب مقطر به حجم 500 میلی لیتر رسانده و خوب مخلوط کنید . این استاندارد ها به ترتیب ، 0/02، 0/04 و 0/2 میلی گرم در لیتر آرسنیک دارد .

نکات مهم:

جاذب آرسنیک در این آزمایش یک ترکیب محلول نقره در پیریدین است. نقره و پیریدین جزء مواد آلاینده و خطرناک می باشند . بعلاوه ، گلوله های کتانی آغشته به محلول استات سرب بسیار آلوده می باشند. این مواد نباید در سیستم جمع آوری فاضلاب تخلیه شوند . به بخش MSDS (داده های ایمنی مواد شیمیایی) برای تخلیه مناسب این فاضلاب مراجعه کنید.

شروع کار با دستگاه Dr5000 برای اندازه گیری فلز آرسنیک

- 1- برنامه User programming را اجرا کنید. شماره برنامه را یادداشت کنید .
- 2- آزمایش مورد نظر را انتخاب کنید .
- 3- جای سل چهارگوش را در دستگاه انتخاب کنید .
- 4- وسایل تقطیر آرسنیک را آماده کنید: به جدول وسایل مورد نیاز و تصویر موجود در کاتالوگ دستگاه مراجعه کنید .
- 5- یک گلوله کتانی را با محلول استات سرب 10% آغشته کنید و وارد لوله اسکرابر کنید ، مطمئن شوید گلوله در دیواره شیشه محکم شده باشد .
(اسکرابر : دستگاه تصفیه گاز)
- 6- با استفاده از یک مزور ، 25 میلی لیتر از محلول جاذب آرسنیک را درون استوانه سیستم تقطیر بریزید .
- 7- با استفاده از مزور ، 250 میلی لیتر نمونه را درون ظرف تقطیر بریزید .
- 8- دستگاه را روشن کنید . دور چرخش دستگاه را روی 5 قرار دهید ولی سیستم گرمایشی آن خاموش باشد .
- 9- با استفاده از مزور ، 25 میلی لیتر اسید هیدروکلریک ، به ظرف تقطیر بیافزائید .
- 10- با استفاده از پی پت سرولوژیک 1 میلی لیتر محلول کلرید استانو به ظرف تقطیر بیافزائید
- 11- با استفاده از پی پت سرولوژیک 3 میلی لیتر محلول یدید پتاسیم به ظرف بیافزائید .
- 12- کلید تایمر را روشن کنید و اجازه دهید زمان واکنش 15 دقیقه ای اول شروع شود .
- 13- وقتی 15 دقیقه زمان تایمر تمام شد ، 6 گرم از روی سائز 20 را به ظرف تقطیر بیافزائید و فوراً در آنرا ببندید .
- 14- دمای دستگاه را روی 3 تنظیم کنید .
- 15- دکمه تایمر را فشار دهید ، 15 دقیقه دوم زمان واکنش شروع می شود .
- 16- وقتی 15 دقیقه دوم زمان واکنش تمام شد ، گرمای دستگاه را روی 1 تنظیم کنید .
- 17- تایمر را فشار دهید. سومین 15 دقیقه زمان واکنش شروع می شود .

18- وقتی 15 دقیقه سوم زمان واکنش تمام شد ، هیتر را خاموش کنید . پیستون را در سیلندر گاز تولید شده در دستگاه حرکت دهید.

19- پیستون را با بالا و پایین بردن در محلول جاذب آرسنیک حرکت دهید .

20- تهیه شاهد : سل 25 میلی لیتری دستگاه را با محلول جاذب آرسنیک تقطیر نشده پر کنید و درپوش سل را بگذارید.

21- نمونه شاهد را در جای سل قرار دهید .

22- دکمه Zero را بزنید . از منحنی کالیبراسیون دستگاه صفر را نمایش می دهد.

23- تهیه نمونه : نمونه محلول جاذب آرسنیک تقطیر یافته را درون سل دستگاه بریزید . اگر حجم نمونه از 25 میلی لیتر کمتر بود، با استفاده از محلول پیریدین به حجم 25 میلی لیتر برسانید و درپوش سل را بگذارید .

24- دیواره سل را خشک کرده و داخل جای سل بگذارید و دکمه قرائت (Read) را بزنید.

مزاحمتها:

جدول شمار 3: ترکیبات مزاحم و مقادیر آن

نحوه مزاحمت	ترکیبات مزاحم
ممکن با گسترش رنگ تداخل ایجاد نماید	نمکهای آنتیموان

جمع آوری نمونه ، ذخیره سازی و نگهداری

نمونه ها در بطری های شیشه ای یا پلاستیکی که با اسید شستشو داده شده است ، جمع آوری شوند.

pH نمونه را با اسید سولفوریک به زیر 2 یا کمتر (2 میلی لیتر به ازای هر لیتر) برسانید.

نمونه ها تا 6 ماه در دمای آزمایشگاه قابل نگهداری هستند .

استاندارد سازی در دستگاه Dr5000

1- User Programming در منوی اصلی بزنید .

2-اگر قبلاً "منحنی کالیبراسیون آرسنیک را تهیه نکردید ، دکمه **PROGRAM OPTIONS** و دکمه **NEW** را فشار داده، تعداد برنامه آرسنیک قابل دسترس از (950-999) است . Ok را بزنید.

3-روش مناسب را انتخاب کنید . نام برنامه آرسنیک را با استفاده از حروف الفبا AS انتخاب کنید. Next را بزنید و به صفحه بعد بروید .باقی پارامترها را بصورت زیر در دستگاه انتخاب کنید .

- **Program Type: Single Wavelength** • **Chemical Form: As**
- **Units: mg/L** • **Wavelength: 520 nm**
- **Concentration Resolution: 0.001** • **Calibration: Read Standards**

4-بعد از قرائت جذب استانداردها دکمه **Next** و **Exit** را بزنید . بخش پارامترها فعال کنید و دکمه **Edit** را برای ورود داده ها بزنید.

باقی پارامترها را به روش زیر وارد کنید :

Timer1: 15 minutes Upper Limit: 0.220 mg/L
Timer2: 15 minutes Lower Limit: -0.020 mg/L
Timer3: 15 minute

5-آیکن **CALIBRATION: C = A + BA** انتخاب کنید و آیکن **EDIT** را بزنید.

6-مقادیر غلظت استانداردهایی را که برای رسم منحنی کالیبراسیون تهیه شده وارد کنید: مقادیر عددی ، صفر و 0/02 و 0/04 و 0/2 میلی گرم در لیتر را وارد کنید و علامت + را فشار دهید و مقدار غلظت را با زدن **ok** تایید کنید .

7-بعد از ورود مقادیر، دکمه **Up** را 4 بار بزنید تا مکان نما روی غلظت صفر (اولین غلظت وارده) قرار گیرد.

8-25 میلی لیتر از محلول جاذب آرسنیک تقطیر نشده را درون سل بریزید و **Zero** را فشار دهید.

9- دکمه Down را فشار دهید تا روی غلظت بعدی برود و مقدار غلظت را روی صفحه نمایش بخوانید و این کار را تکرار کنید تا تمام استانداردها خوانده شود .

10- منوی گراف را بزنید و مطمئن شوید zero خاموش است .

11- اگر گراف درست ترسیم شده دکمه exit و down را بزنید .

12- برنامه ذخیره می شود و سپس yes را فشار دهید و برنامه قابل استفاده می باشد .

خلاصه روش

آرسنیک در مخلوطی از روی ، کلرید استانو ، یدید پتاسیم و اسید هیدروکلریک در دستگاه تقطیر مخصوص این روش ، کاهش و تولید گاز آرسین می نماید . آرسین از اسکرابر حاوی گلوله کتانی آغشته به استات سرب عبور داده شده و درون لوله جاذب حاوی دی اتیل دی تیوکاربامات نقره در پیریدین جذب می شود. آرسنیک به شکل یک کمپلکس قرمز رنگ واکنش می دهد و به روش رنگ سنجی، در طول موج 520 نانومتر قابل اندازه گیری می باشد.

مواد مصرفی:

Description Quantity/	Test Unit	Cat. No
Arsenic Standard Solution, 1000-mg/L As	varies 100 mL	14571-42
Hydrochloric Acid, ACS*	25 mL 500 mL	134-49
Lead Acetate Solution, 10%	1 mL 100 mL	14580-42
Potassium Iodide Solution, 20%	3 mL 100 mL	14568-42
Pyridine, ACS	50 mL 500 mL	14469-49
Silver Diethyldithiocarbamate	1 g 25 g	14476-24
Stannous Chloride Solution	1 mL 100 mL	14569-42
Water, deionized varies	4 liters	272-56
Zinc, 20-mesh, ACS	6 g 454 g	795-01

American chemical society *

وسایل مورد نیاز:

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Balance, analytical, SL 3000, 100–240 V	1	each	28018-00
Balls, cotton	1	100/pkg*	2572-01
Boat, weighing, 8.9-cm square	2	500/pkg	21790-00
Bottle, amber, 237-mL, glass	1	6/pkg	7144-41
Cap, polypropylene, for amber bottle	1	6/pkg	21667-06
Cylinder, graduated, 25-mL	2	each	508-40
Cylinder, graduated, 250-mL	1	each	508-46
Distillation Apparatus, Arsenic Accessories	1	set	22654-00
Distillation Apparatus, General Purpose Accessories	1	set	22653-00
Flask, volumetric, Class A, 1000-mL, with glass stopper	1	each	14574-53
Flask, volumetric, Class A, 200-mL	1	each	14574-45
Flask, volumetric, Class A, 500-mL	6	each	14574-49
Pipet Filler, safety bulb	1	each	14651-00
Pipet, serological, 5-mL	2	each	532-37
Pipet, volumetric, Class A, 1.00-mL	2	each	14515-35
Pipet, volumetric, Class A, 2.00-mL	1	each	14515-36
Pipet, volumetric, Class A, 4.00-mL	1	each	14515-04
Pipet, volumetric, Class A, 6.00-mL	1	each	14515-06
Pipet, volumetric, Class A, 8.00-mL	1	each	14515-08
Pipet, volumetric, Class A, 10.00-mL	1	each	14515-38
Sample Cells, 1-inch square, 25 mL, matched pair with stopper	2	2/pkg	26126-02

Package *

ادامہ جدول

Select one based on available voltage:

Distillation Apparatus Heater, 115 VAC, 60 Hz	1	each	22744-00
Distillation Apparatus Heater, 230 VAC, 50 Hz	1	each	22744-02

وسایل جانبی:

Description	Cat. No.
Cylinder, mixing, 25-mL	1896-40
Sulfuric Acid, 1.00 N	1270-32
Gloves, Chemical Resistant, size 9 ¹	24101-04

اندازه گیری جیوه با دستگاه Dr5000

Method 10065

Cold Vapor Mercury Concentration Method

روش تغلیظ جیوه با بخار سرد

محدوده قابل اندازه گیری با دستگاه (0.1 to 2.5 µg/L)

این روش قابل اندازه گیری برای آب ، فاضلاب و آب دریا می باشد .

ایمنی

همه مراحل آزمایش در زیر هود با استفاده از عینک ایمنی و دستکش انجام شود .

آزمایش درزیر هود بدلیل تولید گازهای سمی انجام شود .

نکات زیر را قبل از شروع آزمایش در نظر داشته باشید :

یک نمونه شاهد برای هر نمونه تهیه کنید . بهمان اندازه پرمنگنات پتاسیم به نمونه بیافزائید که نیازاست. مقدار جذب شاهد را از جذب نمونه کم کنید .

روش کار:

فاز یک: هضم نمونه

1- یک لیتر نمونه را به ارلن مایر 2 لیتری منتقل کنید . یک مگنت 50 میلی متری درون ارلن انداخته و روی شیکر گذاشته ، سپس مواد زیر را به ترتیب به آن افزوده و مخلوط کنید .

2- 50 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ به نمونه بیافزائید .

3- 25 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به نمونه بیافزائید .

4- 4 گرم پرسولفات پتاسیم به نمونه بیافزائید اجازه دهید تا حل شود .

سپس مجدداً ، یک 5 گرم دیگر پرسولفات پتاسیم را به نمونه بیافزائید.

5- 7/5 گرم پرمنگنات پتاسیم به نمونه بیافزائید . اجازه دهید تا حل شود .

سپس مجدداً ، یک 10 گرم پرمنگنات پتاسیم به نمونه بیافزائید .

6- یک شیشه ساعت روی دهانه ارلن قرار دهید و نمونه را تا دمای 90 درجه سانتی گراد بعد از حل شدن معرفیها گرم کنید اما نمونه نجوشد .

برای استاندارد جیوه یا شاهد در آب مقطر ، مرحله گرم کردن ضروری نیست .

7- هم زدن را ادامه دهید و نمونه را در دمای 90 درجه سانتی گراد برای 2 ساعت گرما دهید .

بعد از اتمام هضم ، رنگ محلول بنفش تیره می شود . برخی نمونه ها ، مانند آب دریا ، فاضلابهای صنعتی یا سایر نمونه های دارای مواد ارگانیک بالا یا کلراید بالا ، به پرمنگنات اضافی نیاز دارند .

اگر در ظروف نمونه رسوب منگنز دی اکساید قهوه ای / تیره ایجاد بشود ، دیدن رنگ بنفش تیره ایجاد شده مشکل می باشد .

مقداری پرمنگنات پتاسیم بیافزائید اگر محلول بنفش تیره نیست .

8- محلول هضم شده را در دمای آزمایشگاه سرد کنید .

یک رسوب قهوه ای تیره منگنز دی اکساید در هنگام سرد شدن ممکن است باقی بماند . اگر نمونه هضم شده رنگ بنفش نداشته باشد ، هضم درست انجام نشده است . پس مقداری پرمنگنات پتاسیم بیافزائید و نمونه را بر روی شیکر قرار دهید تا هضم ادامه یابد و تا رنگ بنفش پایدار ایجاد شود .

9- همانطور که نمونه روی شیکر است ، شیکر را خاموش نموده و اجازه دهید تا نمونه سرد شود .

10 با استفاده از قاشقک اندازه گیری 0/5 گرمی ، مقدار 0/5 گرم هیدروکسیل آمین هیدروکلراید به نمونه بیافزائید تا رنگ بنفش تیره ناپدید شود . 30 ثانیه صبر کنید تا رنگ بنفش تیره ناپدید شد . با افزودن هیدروکسیل آمین هیدروکلراید تمام منگنز دی اکساید در محیط حل می شود .

11- یک میله هم زن بردارید و داخل نمونه قرار دهید .

12- نمونه هضم شده برای پروسه با جداسازی بخار سرد و تغلیظ آماده است .

شروع فاز دوم :

فاز دوم : جداسازی بخار سرد و تغلیظ جیوه

- 1- نمونه هضم شده را به بطری مخصوص شستشوی گاز بخار سرد منتقل کنید .
- 2- بطری شستشوی گاز را به پایه و گیره اتصال دهید . اجازه دهید تا مرحله 9 این فاز ستون جاذب جیوه به بطری شستشوی گاز متصل باشد .
- 3- یک ارلن مایر 100 میلی لیتری را به ستون جاذب جیوه متصل کنید .
- 4- 8 میلی لیتر HgEx معرف B را درون ستون جاذب جیوه بریزید .
- 5- پمپ خلاء را به ستون جاذب متصل کنید و روشن کنید تا مکش کند . HgEx معرف B درون ارلن کشیده می شود .
- 6- وقتی معرف جیوه درون ستون جاذب جیوه کشیده شد پمپ را جدا کنید (حدود 10 ثانیه بعد از شروع مکش) بیشتر مکش نکند.
- 7- ارلن مایر 100 میلی لیتر از زیر ستون جاذب بردارید و بجای آن یک مزور 10 میلی لیتری (receiver) قرار دهید .
- 8- 2 میلی لیتر HgEx معرف C درون ستون جاذب بریزید .
- 9- ستون جاذب جیوه را به بطری شستشوی گاز با استفاده از رابط شیشه ای متصل کنید .
- 10- معرف HgEx معرف A را درون بطری حاوی مواد معلق حل نشده تزریق کنید .
معرف فوق را بازکنید و به آرامی از دریچه کناری بطری شستشوی گاز وارد کنید .
- 11- درپوش دریچه بطری را بگذارید .
- 12- پمپ را مجدداً به ستون جاذب متصل کنید . و وقتی HgEx معرف C جذب ستون جیوه و وارد مزور 10 میلی لیتری (receiver) شد، آنرا قطع کنید . حبابهای هوای تولید شده در لوله گازپراکنده شده و در بطری شستشوی گاز وارد می شود .
مرحله 13 تا 14 را فوراً انجام دهید.

13- آزمایش بخار سرد جیوه را از منوی دستگاه انتخاب کنید. (شماره برنامه 312)

14- Timer را OK کنید. یک زمان واکنش 5 دقیقه ای شروع می شود. این زمان برای از بین رفتن حبابهای هوا می باشد.

میزان جریان هوا بدرون بطری شستشوی گاز بین 1 تا 5 لیتر در دقیقه باشد. با جریان کم حباب کمتری تولید می شود. برای مثال، اگر جریان هوا 1 لیتر در دقیقه باشد، حبابهای در محلول برای از بین رفتن به 10 دقیقه زمان ماند نیاز دارند.

15- بعد از پایان زمان 5 دقیقه، رابط شیشه ای بالای ستون جاذب جیوه جدا کنید. و پمپ مکش را روشن نگه دارید.

16- 8 میلی لیتر HgEx معرف B درون ستون جاذب جیوه تزریق کنید تا مسیری که جیوه جریان داشته است شسته شود.

مکش را ادامه دهید تا HgEx معرف B درون مزور (receiver) کشیده شود.

17- پمپ مکش را خاموش کنید وقتی حجم به 10 میلی لیتر در مزور (receiver) می رسد.

اگر نیاز باشد، حجم محلول درون مزور (receiver) را به بالای 10 میلی لیتر با HgEx معرف B برسانید از حجمهای پایین پرهیز کنید و پمپ مکش را کمی زودتر از مرحله 6 قطع کنید.

18- مزور (receiver) را از زیر ستون جاذب بردارید. ارلن مایر 100 میلی لیتر را مجدداً زیر ستون جاذب وصل کنید.

19- 3 میلی لیتر HgEx معرف B را درون ستون جاذب جیوه بدون اتصال به پمپ مکش بریزید. ستون جاذب رادر بین آزمایش مرطوب نگه دارید. ستون جاذب جیوه شسته شده وارد ارلن (receiver) شده و برای انجام آنالیز آماده است.

20- جای سل چهار گوش را در دستگاه انتخاب کنید.

شروع فاز سوم :

فاز سوم : آنالیزهای رنگ سنجی

1- با استفاده از یک قیف ، معرف HgEx 3 را به درون مزور (receiver) بیافزائید . درپوش آنرا گذاشته و با وارونه کردن مزور، معرف درون آن را حل کنید .

2- سپس معرف HgEx 4 را به درون مزور (receiver) بیافزائید . درپوش آنرا گذاشته و با وارونه کردن مزور، معرف درون آن را حل کنید .

3- 8 قطره معرف HgEx 5 را به درون مزور (receiver) بیافزائید . درپوش آنرا گذاشته و با وارونه کردن مزور ، معرف درون آن را حل کنید .

4- Timer را OK کنید . یک زمان واکنش 2 دقیقه ای شروع می شود .

5- درطول زمان واکنش ، محلول را درون سل بریزید .

6- دیواره سل نمونه را خشک کنید .بعد از پایان زمان دستگاه (2 دقیقه) ، سل را درون جای سل دستگاه گذاشته و ZERO را فشار دهید .روی صفحه نمایشگر $0/1 \mu\text{g/L Hg}$ نمایش داده می شود . (این برنامه بدون صفر دستگاه را تنظیم می کند)

7- سل را از جای سل دستگاه خارج کنید . معرف HgEx 6 را به محلول بیافزائید . سل را تکان دهید تا معرف کاملاً حل شود . فوراً" به مرحله 8 بروید.

جهت افزودن معرف به سل دستگاه از قیف استفاده نکنید .

8- سل نمونه را در دستگاه قرار دهید . نتایج براساس $\mu\text{g/L Hg}$ گزارش می شود .

مزاحمت ها

برای کنترل آزمایش یک استاندارد مشخص با غلظت معین آماده سازی شود مطابق نمونه آنالیز روی آن انجام شود . با یک استاندارد دوم جیوه دارای این یونها هیچ مزاحمتی در آنالیز نشان داده نمی شود .

بعلاوه، مزاحمتی با یک محلول آزمایشی دارای 1000 میلی گرم در لیتر Na^+ ، 1000 میلی گرم در لیتر K^+ ، 1000 میلی گرم در لیتر Mg^{2+} ، و 400 میلی گرم در لیتر Ca^{2+} وجود ندارد .

جدول 1: مواد مزاحم و غلظت آنها

Ion or Substance	Concentration
Ag ⁺	7 mg/L Ag ⁺
Al ³⁺	10 mg/L Al ³⁺
Au ³⁺	500 µg/L Au
Cd ²⁺	10 mg/ L Cd ²⁺
Co ²⁺	10 mg/L Co ²⁺
Cr ⁶⁺	10 mg/L Cr ⁶⁺
Cu ²⁺	10 mg/L Cu ²⁺
F ⁻	1.0 mg/L F ⁻
Fe ²⁺	100 mg/L Fe ²⁺
Hg ²⁺	1 µg/L Hg ²⁺
Mo ⁶⁺	10 mg/L Mo ⁶⁺
Ni ²⁺	10 mg/L Ni ²⁺
No ³⁻ _ N	50mg/L No ³⁻ _ N
Pb ²⁺	10 mg/L Pb ²⁺
SiO ₂	100 mg/L SiO ₂
Zn ²⁺	10 mg/L Zn ²⁺

جمع آوری نمونه و نگهداری :

1000 میلی لیتر نمونه را در یک ظرف شیشه ای یا پلی اتیلن تری فتالات (PET) بریزید . 10 میلی لیتر اسید هیدروکلریک غلیظ برای نگاهداری به نمونه بیافزائید . ظرف را طوری پر کنید که هوا کمتری وارد ظرف شود. در ظرف PET با یک درپوش PET یا درپوش پلی پروپیلین ببندید .

نمونه ها دردمای 6-2 درجه سانتی گراد و با اسیدی کردن تا 6 ماه قابل نگهداری می باشند .

بررسی دقت آزمایش

روش افزایشی استاندارد :

1- محلول استاندارد 10 میلی گرم در لیتر جیوه را مانند روش توضیح داده شده در مرحله a 3 تهیه کنید .

2- با استفاده از پی پت 0/1 میلی لیتر از محلول استاندارد 10 میلی گرم در لیتر را به محلول تصفیه شده در بطری شستشوی گاز بعد از پایان آنالیزها بیافزائید . فوراً درپوش بطری شستشوی گاز را بگذارید .

3- در آغاز مرحله 3 از فاز 2 مراحل روش را دنبال کنید .

4- در مرحله 3 فاز 2 غلظت محلول شستشوی جیوه بین 0/9-1/1 $\mu\text{g/L Hg}$ است.

روش استاندارد کردن محلول:

1-800 میلی لیتر آب مقطر درون بطری شستشوی گاز بریزید .

2-50 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ و 25 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به آب مقطر افزوده و مخلوط کنید .

3- محلول استاندارد جیوه 0/1 میلی گرم در لیتر را با رقیق سازی بطور سری از محلول استاندارد 1000 میلی گرم در لیتر جیوه بسازید :

a- ساخت محلول استاندارد 10 میلی گرم در لیتر:

5 میلی لیتر از استاندارد 1000 میلی گرم در لیتر را با 500 میلی لیتر آب مقطر درون بالن ژوژه بیافزائید . 1 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به بالن ژوژه 500 میلی لیتر بیافزائید . خوب مخلوط کنید .

b- برای ساخت محلول استاندارد 1 میلی گرم در لیتر :

10 میلی لیتر از استاندارد 10 میلی گرم در لیتر با 100 میلی لیتر آب مقطر درون بالن ژوژه بیافزائید. 2 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به بالن ژوژه 100 میلی لیتر بیافزائید . خوب مخلوط کنید .

c- برای ساخت محلول استاندارد 0/1 میلی گرم در لیتر :

10 میلی لیتر از محلول 1 میلی گرم در لیتر را با 100 میلی لیتر آب مقطر درون بالن ژوژه بیافزائید . 2 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ به بالن ژوژه 100 میلی لیتر بیافزائید . خوب مخلوط کنید .

4- 10 میلی لیتر محلول استاندارد 0/1 میلی گرم در لیتر جیوه را درون بطری شستشوی گاز پی پت کنید . خوب مخلوط کنید .

5- شروع مرحله 2 از فاز دوم را دنبال کنید .

6- در مرحله 3 فاز 2 غلظت محلول شستشوی جیوه بین 0/9-1/1 $\mu\text{g/L Hg}$ است..

راه اندازی سیستم:

برای صحت بیشتر نتایج ، تعدادی آنالیز از استانداردهای جیوه و شاهد برای تعادل سیستم قبل از شروع آزمایش انجام دهید .

آزمایش استاندارد :

یک محلول استاندارد جیوه را با استفاده از روش افزایشی استاندارد چک کنید . بدنبال مرحله 1 روش استاندارد را، راه اندازی کنید

1-10 میلی لیتر از محلول استاندارد 0/1 میلی گرم در لیتر درون محلول تصفیه شده بطری شستشوی گاز بریزید .

2-شروع مرحله 3 از فاز 2 را دنبال کنید .

5- در مرحله 3 فاز 2 غلظت محلول شستشوی جیوه بین 0/9-1/1 $\mu\text{g/L Hg}$ است.

اگر مقدار عددی در محدوده این رنج نمی باشد. مراحل 1 تا 3 را تکرار کنید

آزمایش شاهد:

سیستم شاهد را با استفاده از محلول تصفیه شده در بطری شستشوی گاز بعد از یک آزمایش رضایت بخش استاندارد اجرا کنید .

1-محلول تصفیه شده را در بطری شستشوی گاز بریزید .

2- شروع مرحله 3 از فاز 2 را دنبال کنید .

3- در مرحله 3 فاز 2 غلظت محلول شستشوی جیوه $\leq 0/2 \mu\text{g/L Hg}$ است.

عملکرد روش

دقت استاندارد : $1 \mu\text{g/L Hg}$

برنامه	95% حدود اطمینان
312	$0/9-1/1 \mu\text{g/L Hg}$

حساسیت

منحنی	جذب ABS	غلظت
Entire range	0/01	0/03 µg/L Hg

شستشو و نگهداری وسایل بخار سرد جیوه

- بطری شستشوی گاز را با آب مقطر حاوی 15 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ بشوئید . بعد از شستشودرپوش بطری را محکم ببندید .
- ستون جذب جیوه را با معرف B HgEx بشوئیددر این حالت ارلن مایر متصل به زیر ستون باشد .

شستشوی ظروف شیشه ای

بعلت اینکه حساسیت این روش زیاد می باشد ، توصیه شده است ظروف شیشه ای مخصوص و سل های نمونه ، بعد از شستشو با محلول اسید کلریدریک 1:1 ، چند بار با آب مقطر شسته شوند..

خلاصه روش

در نمونه هضم شده جیوه به یونهای جیوه و سپس یونهای مذکور، در نمونه هضم شده در یک سیستم نیمه بسته به بخار جیوه تبدیل می شود . بخار درون ستون جذب فعال شیمیایی با هوای محدود حمل می شود در جائیکه بخار جیوه به کلرید جیوه تبدیل می شود .

کلرید جیوه ستون را شستشو داده و یک اندیکاتورحساس افزوده می شود . دستگاه با استفاده از نقطه ماکزیمم جذب اندیکاتوروارد واکنش نشده صفر می شود . یک کمپلکس عامل برای شکستن کمپلکس اندیکاتور: جیوه افزوده می شود. افزایش اندیکاتور واکنش نیافته باعث افزایش جذب نسبی مقدار جیوه در نمونه اصلی می شود .نتایج آزمایش در طول موج 412 نانومتر اندازه گیری می شود .

ممانعت از آلودگی و مدیریت پسماند :

1- محلول درون بطری شستشوی گازرا با محلول (neutralizing) خنثی وبا رساندن به pH 9-6 به همراه آب به فاضلاب روی بهداشتی تخلیه کنید .

2- جیوه موجود در یک نمونه غلیظ شده توسط ستون جاذب جیوه دارای فاکتور جذب 100 ، جذب گردد . آنالیزهای جیوه در سل نمونه حد بالایی از کاراکترهای سمی RCRA ، حدود 0/2 میلی گرم در لیتر جیوه می باشد را ایجاد نماید .

اگر نمونه اصلی دارای مقدار جیوه در حد 2/5 میکروگرم در لیتر باشد سل نمونه 0/25 میلی گرم در لیتر جیوه خواهد داشت . (بالاتر از حد رنج آزمایش).

پس نمونه درون سل بعنوان یک فاضلاب خطرناک است ، اگر نتیجه آزمایش بالای 2 میکروگرم در لیتر جیوه در نمونه اصلی باشد . بنابراین ، محلول در سیستم دفع بهداشتی با چند دقیقه ، جریان آب تخلیه کنید .

3- اسکرابر جیوه بخار جیوه را در خود نگه می دارد اگر ستون جاذب جیوه بطور صحیحی با استفاده از معرف B HgEx و معرف C HgEx فعال نشود ، جیوه باقی مانده از ظرفیت ستون جاذب فراتر می رود و اگر اسکرابر جیوه بخار جیوه را در خود نگه دارد ، باید از طریق دستورالعملهای بهداشتی تخلیه شود .

مواد مصرفی و مواد قابل جایگزینی :

Description	Quantity/ Test	Unit	Cat. No.
Cold Vapor Mercury Reagent Set (25 tests), Includes:			26583-00
HgEx™ Reagent A, Stannous Sulfate Solution, 20-mL ampules	1	25/pkg	26588-25
HgEx™ Reagent B, Sulfuric Acid Solution	19 mL	500 mL	26589-49
HgEx™ Reagent C, Sodium Hypochlorite Solution	2 mL	55 mL	26590-59
HgEx™ Reagent 3, Alkaline Reagent Powder Pillows	1 pillow	25/pkg	26584-48
HgEx™ Reagent 4, Indicator Powder Pillows	1 pillow	25/pkg	26585-48
HgEx™ Reagent 5, Sodium Hydroxide Solution	8 drops	10 mL	SCDB26586-36
HgEx™ Reagent 6, Complexing Reagent Powder Pillows	1 pillow	25/pkg	26587-48
Mercury Scrubber	2/reagent set	2/pkg	26558-00

وسایل مورد نیاز :

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Cold Vapor Mercury Apparatus Set	1	each	26744-00
Acro 50 Vent Filter	1	18/pkg	26833-18
Air Trap Holder Assembly	1	each	26639-00
Ampule Breaker	1	each	25640-00
Breaker/Capper Tool for Mercury Scrubber	1	each	26640-00
C-flex Tubing, 0.25-inch ID, white	4 ft	25 ft	23273-67
Clamp for Mercury Absorber Column	1	each	26562-00
Clamp Holder	2	each	326-00
Cylinder, graduated, 50-mL	1	each	508-41
Distilling Receiver, 10-mL	1	each	26554-38
Flask, Erlenmeyer, 100-mL	1	each	26553-42
Funnel, micro	1	each	25843-35
Gas Washing Bottle, 1200-mL	1	each	26622-00
Glass Elbow, 90-degree, with hose adapter	1	each	26552-00
Mercury Absorber Column	1	each	26555-10
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	1	each	19700-01
Pipet, TenSette, 1.0 to 10.0 mL	1	each	19700-10
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	varies	50/pkg	21856-96
Pipet Tips, for 19700-10 TenSette Pipet	varies	50/pkg	21997-96
Sample Cells, 1-inch square, 10-mL, matched pair	1	2/pkg	24954-02
Support Ring for Gas Washing Bottle	1	each	26563-00
Stopper, for Distilling Receiver	1	each	26559-00
Stopper, for Gas Washing Bottle	1	each	26623-00
Support, Base and Rod	1	each	329-00

ادامه جدول

Tubing Quick Disconnect, HDPE	1	12/pkg	14810-00
Vacuum Pump, 115 VAC w/ North American Plug	1	each	28248-00
Vacuum Pump, 220 VAC w/ North American Plug	1	each	28248-01
Vacuum Pump, 220 V w/ European Plug	1	each	28248-02

معرفیهای مورد نیاز برای هضم و وسایل آن :

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Flask, Erlenmeyer, 2000-mL	1	each	24894-54
Hot Plate/Stirrer, 120 VAC	1	each	23442-00
Hot Plate/Stirrer, 240 VAC	1	each	23440-02
Hydroxylamine Hydrochloride, ACS	varies	113 g	246-14
Nitric Acid, ACS	25 mL	500 mL	152-49
Potassium Permanganate, ACS	varies	454 g	168-01H
Potassium Persulfate, ACS	4.0 g	454 g	26175-01
Sulfuric Acid, ACS, concentrate	50 mL	4 kg	979-09
Spoon, measuring, 0.5-g	1	each	907-00
Stir Bar	1	each	20953-55
Thermometer, -20 to 110 °C	1	each	566-01
Watch Glass, Pyrex, 65-mm	1	each	578-67

استانداردهای مورد نیاز :

Description	Unit	Cat. No.
Mercury Standard Solution, 1000-mg/L Hg (NIST)	100 mL	14195-42
Water, deionized	4 L	272-56

اندازه گیری سرب به روش استخراج ستون سریع با دستگاه Dr 5000

LeadTrak®1 Fast Column Extraction Method

Method 8317

محدوده قابل اندازه گیری با دستگاه : (5 to 150 µg/L)

این روش قابل اندازه گیری برای آب آشامیدنی می باشد .

قبل از شروع آزمایش :

برای دقت در نتایج آزمایش، یک نمونه شاهد برای هر نمونه تهیه کنید. مقدار عددی جذب شاهد را از نتایج نهایی کم کنید. همه ظروف شیشه ای و پلاستیکی را برای جلوگیری از آلودگی با آب و اسید بشوئید. سلها را با HNO₃ غلظت 1:1، سپس با آب مقطر بشوئید.

وسایل لازم:

معرف LeadTrak®	1
150-Ml, بشر، پلی پروپیلین	2
250-mL بشر، پلی پروپیلین	1
گیره، بست دو شاخه، پایه گیره	1
25-mL، استوانه مدرج، استوانه مدرج پلی پروپیلین	1
100-mL، استوانه مدرج، استوانه مدرج پلی پروپیلین	1
0.5 and marks 1.0 mL، قطره چکان	1
پایه حلقه اضافی	1

استخراج سریع ستون :

1- شماره برنامه Lead, LeadTrak 283 را start کنید .

2- جا سل چهار گوش را در دستگاه انتخاب کنید .

3- یک مزور پلاستیکی 100 میلی لیتر را با 100 میلی لیتر نمونه پر کنید . نمونه را داخل یک بشر 250 میلی لیتری بریزید .

4- با استفاده از پی پت (یا قطره چکان) ، 1 میلی لیتر محلول نگاهدارنده اسید 1-pPb را به نمونه بیافزائید و تکان دهید تا مخلوط شود.

(p=patent number)

اگر نمونه قبلاً" ، با یک نسبت 1 میلی لیتر محلول نامبرده در 100 میلی لیتر نمونه نگاهداری شده است ، مراحل 4 و 5 این روش را حذف کنید .

5- **Timer** را **ok** کنید . یک زمان 2دقیقه ای برای انجام واکنش شروع می شود .

6- وقتی زمان 2 دقیقه پایان پذیرفت ، با استفاده از پی پت مدرج ، 2 میلی لیتر محلول فیکس کننده 2-pPb را به نمونه بیافزائید ، تکان دهید تا خوب مخلوط شود .

نمونه هایی که با اسید نیتریک نگاهداری شده یا نمونه هایی که روی آنها هضم انجام شده است ، ممکن است ظرفیت بافرمحلول فیکسر تغییر کند ، بعد از مرحله 6 ، pH نمونه را چک کنید و با هیدروکسید سدیم 5 نرمال pH نمونه ها را به 6/7-7/1 برسانید، سپس به مرحله 7 بروید.

7- ستون سریع استخراج کننده را با یک پایه دارای حلقه و گیره مطابق شکل در کاتالوگ راه اندازی کنید . یک بشرپلاستیکی 150 میلی لیتری را در قسمت خروجی زیر دستگاه قرار دهید .

ستون استخراج سریع شامل مجموعه ای از معرف **LeadTrak^R** می باشد . یک سیستم استخراج کننده جدید برای هر آزمایش نیاز می باشد .

8- درپوش کتانی را با آب مقطر آغشته کرده و با استفاده از پیستون در داخل ستون استخراج کننده بفشارید. اگر درپوش کتان به بالای ستون جابه جا شد ، آنرا به انتهای ظرف با کمک میله ای بفشارید . درپوش کتانی باید به راحتی در دیواره ظرف استخراج کننده ، فیکس شود.

9- نمونه آماده شده را به آرامی (با سرعت 2 قطره در ثانیه) وسط ستون استخراج کننده بریزید.

توجه: ظرف نمونه با درپوش کتانی تماس پیدا نکند .

10- بعد از ریختن نمونه ، پد جاذب را با استفاده از پیستون داخل استخراج کننده فشار دهید . نمونه را بداخل بشر بریزید . پیستون استخراج کننده را به آرامی بالا ببرید . پد جاذب در ته استخراج کننده باقی می ماند وقتی پیستون جابه جا می شود ، اگر درپوش کتانی بالا آمد با یک میله تمیز آنرا به ته ظرف فشار دهید .

- 11- یک بشر تمیز 150 میلی لیتری را زیر ظرف استخراج کننده قرار دهید ، با استفاده از یک مزور 25 میلی لیتری ، 25 میلی لیتر محلول شستشوی سرب 3-Pb را به ظرف استخراج کننده بیافزائید.
- 12- اجازه دهید محلول شوینده به آرامی از ظرف استخراج کننده خارج شود .
بعد از اینکه محلول خارج شد پد جاذب را کاملا" با میله ای بفشارید .
- 13- با استفاده از پی پت مدرج ، 1 میلی لیتر محلول خنثی کننده 4-Pb را به بشر بیافزائید .
کاملا" مخلوط کنید و فوراً" به مرحله 14 بروید .
- 14- پودر اندیکاتور 5-Pb را افزوده و کاملاً" مخلوط کنید. محلول قهوه ای رنگی ایجاد می شود.
- 15- 10 میلی لیتر از این محلول را درون سل چهار گوش بریزید .
- 16- **Timer** را **ok** کنید . زمان واکنش 2 دقیقه ای شروع می شود .
- 17- وقتی زمان تمام شد ، سل را از نمونه پر کرده و در جای سل قرار دهید.
- 18- **Zero** را بفشارید و مقدار **0µg/L Pb** ، روی صفحه نمایش نشان میدهد .
- 19- سل نمونه را بردارید و 3 قطره از محلول بی رنگ کننده 6-Pb را به سل بیافزائید . کاملاً" تکان دهید تا مخلوط شود .
- 20- سل نمونه را در جای سل گذاشته ، نتیجه بر حسب **µg/L Pb** گزارش می شود .

مزاحمتها :

در محلول سربی با غلظت 25 میکروگرم در لیتر مزاحمتها بصورت پتانسیل یونی ایجاد می شود . مزاحمت یونی وقتی نتایج غلظت سرب با خطای 10%± تغییر می کند، ایجاد می شود . نمونه هایی با مقادیر غلظت بالاتر ممکن است با رقت 1 : 1 رقیق شود و دوباره آنالیز شوند. مقدار عددی بدست آمده در فاکتور 2 ضرب می شود تا سرب موجود در نمونه اصلی تعیین شود .

مواد مداخله گر و مقدار آن :

ماده مداخله گر	مقدار
Aluminum, Al ³⁺	0.5 mg/L
Ammonium, NH ₄ ⁺	500 mg/L
Barium, Ba ²⁺	6 mg/L

Calcium, Ca ²⁺	500 mg/L
Chloride, Cl ⁻	1000 mg
Copper, Cu ²⁺	2 mg/L
Fluoride, F ⁻	10 mg/L
Iron, Fe ²⁺	2 mg/L
Magnesium, Mg ²⁺	500 mg/L
Manganese, Mn ²⁺	0.5 mg/L
Nitrate, NO ₃ ⁻	1000 mg/L
Sulfate, SO ₄ ²⁻	1000 mg/L
Zinc, Zn ²⁺	1 mg/L

شستشوی ظروف آزمایش:

توجه: چون میزان سرب در محیط اطرافمان بسیار زیاد می باشد، باید از آلودگی نمونه جلوگیری شود.

- وقتی وسایل با آب مقطر شسته شده یا نمونه رقیق می شود، استفاده از آب مقطر فاقد سرب برای کاهش آلودگی نمونه ضروری است، آب مورد استفاده مقطر یا دیونیزه باشد. اگر آب مقطر از منبع ذخیره آن برداشته می شود، غلظت سرب را بررسی کنید. اگر غلظت سرب مشخص نیست، غلظت سرب را با آزمایش LeadTrak تعیین کنید.
- برای جلوگیری از آلودگی ظروف شیشه ای یا پلاستیکی، آنها را با 1 میلی لیتر معرف نگاهدارنده اسید Pb-1 شستشود دهید. 100 میلی لیتر آب مقطر بیافزائید، بعد از 24 ساعت، با استفاده از روش LeadTrak، آب مقطردرون ظروف را برای نبودن سرب آنالیز کنید.
- ظروف شیشه ای مورد استفاده در آزمایش را با مقدار کمی اسید نیتریک 0/1 نرمال که با آب مقطر رقیق شده یا معرف نگاهدارنده اسیدی Pb-1 بشوئید و بعد با آب مقطر بدون سرب بشوئید.
- سل های شیشه ای را با اندیکاتور Pb-5 و چند قطره معرف نگاهدارنده اسیدی Pb-1 یا مقدار کمی اسید نیتریک رقیق شده با آب مقطر بدون سرب بشوئید.
- محلولهای دارای سرب را با اسید نیتریک یا Pb-1 با pH زیر 2، برای جلوگیری از جذب سرب روی دیوارهای ظرف، استفاده کنید.

جمع آوری نمونه، ذخیره سازی و نگهداری:

نمونه ها یا از سیستم لوله کشی منازل یا از شبکه جمع آوری می شوند و ممکن است تا 6 ماه قابل نگهداری باشند. روش نمونه گیری هر نمونه متفاوت می باشد، با هماهنگی مسئولین ذیربط برای اطلاعات بیشتر در مورد وضعیت نمونه های مخصوص مشورت کنید.

نمونه برداری برای آلودگی سرب در سیستم لوله کشی منازل برای نقاط مصرف آب آشامیدنی

- نمونه برداری از سیستم لوله کشی را بعد از حداقل 6 ساعت زمان سکون آب انجام دهید .
- 10 میلی لیتر نگاهدارنده اسید-1 pPb به یک بطری 1 لیتری بیافزائید .
- شیر آب را باز کنید و یک لیتر آب را داخل بطری دارای نگاهدارنده اسید بریزید .
- در بطری را ببندید و چند بار تکان دهید .
- بعد از دو دقیقه نمونه آماده آنالیز است . مراحل 4 و 5 روش کار را در این نوع نمونه حذف کنید . 100 میلی لیتر این نمونه نگاهداری شده را در مرحله 6 استفاده کنید.

نمونه برداری برای آلودگی سرب از منابع آب آشامیدنی مانند چاه آب یا خطوط اصلی آب

- 10 میلی لیتر نگاهدارنده اسید-1 pPb به یک بطری 1 لیتری بیافزائید .
- شیر را برای 3 تا 5 دقیقه باز کنید تا دمای آب ثابت شود.
- یک لیتر آب را درون بطری دارای نگاهدارنده اسید بریزید .
- در بطری را ببندید و چند بار تکان دهید .
- بعد از 2 دقیقه نمونه آماده آنالیز است . مراحل 4 و 5 روش کار را در این نوع نمونه حذف کنید . 100 میلی لیتر این نمونه نگاهداری شده را در مرحله 6 استفاده کنید.
- در نهایت به میزان یک لیتر از نمونه نگاهداری شده را جمع آوری کنید . اگر کمتر از یک لیتر جمع آوری شد ، 1 میلی لیتر نگاهدارنده اسید-1 pPb به 100 میلی لیتر نمونه بیافزائید و سپس استفاده کنید .
- اگر اسید نیتریک جایگزین 1-pPb بعنوان نگاهدارنده یا هاضم نمونه شده است ، ظرفیت بافر محلول فیکسر-2 pPb ممکن است تغییر کند، پس با استفاده از هیدروکسید سدیم 5 نرمال pH نمونه را در حدود 7/1- 6/7 ، بعد از مرحله 7 تنظیم کنید.

بررسی دقت:

روش استاندارد افزایشی (نمونه افزایشی):

- 1- بعد از قرائت نتایج آزمایش، سل نمونه (نمونه های غیر افزایشی) را در دستگاه قرار دهید.
- 2- Options و more را فشار دهید . standard additions را فشار دهید . یک تعداد استاندارد های افزایشی در روش کار دیده می شود .

- 3- Ok را فشار دهید تا مقادیر قراردادی برای غلظت استاندارد ، حجم نمونه ، و حجمهای پایدار پذیرفته شود . Edit را فشار دهید تا مقادیر تغییر کند . بعد از اینکه مقادیر پذیرفته شد ، قرائت نمونه غیر افزایشی در سطر بالا ظاهر خواهد شد . کاتالوگ را برای اطلاعات بیشتر ببینید .
- 4- ظرف 10 میلی گرم درلیتر (10000 میکروگرم درلیتر) استاندارد سرب را باز کنید .
- 5- سه نمونه افزایشی آماده کنید . سه بشر با 100 میلی لیتر نمونه پر کنید . با استفاده از پی پت 0/1 ، 0/2 و 0/3 میلی لیتر از استاندارد سرب را به هر نمونه بیافزائید و کاملاً مخلوط کنید .
- 6- آنالیز هر نمونه افزایشی در روش بالا شرح داده شده است ، با 0/1 میلی لیتر نمونه افزایشی شروع کنید . هر استاندارد افزایشی را با فشار دادن READ بخوانید . هر افزایشی باید تقریباً 100% بازیابی شود .
- 7- بعد از تکمیل مقادیر ، GRAPH را فشار دهید تا مناسب ترین معادله خط از نقاط داده های استاندارد افزایشی ایجاد شود ، ماتریکس مزاحمتها را محاسبه کنید . IDEAL LINE را فشار دهید تا ارتباط بین نمونه های افزایشی و منحنی خط 100% بازیابی شود .

محلول استاندارد:

تهیه محلول استاندارد کار 10 میلی گرم درلیتر سرب :

1 میلی لیتر از محلول استاندارد 1000 میلی گرم در لیتر سرب را درون یک بالن ژوژه 100 میلی لیتر بریزید و با استفاده از یک پی پت ، 0/2 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ را به بالن ژوژه بیافزائید و با آب مقطر بدون سرب به حجم برسانید . استاندارد مصرفی دارای 10 میلی گرم در لیتر سرب است .

10 میلی لیتر از محلول کار را درون بالن ژوژه پلاستیکی 1 لیتری بریزید و با آب مقطر بدون سرب به حجم برسانید . این محلول استاندارد 100 میکروگرم درلیتر سرب باید قبل از استفاده تهیه شود . روش LeadTrak را مانند توضیحات بالا انجام دهید .

متناباً، محلول استاندارد 100 میکروگرم در لیتر سرب را با استفاده از پی پت تهیه کنید : با استفاده از پی پت 0/2 میلی لیتر از محلول استاندارد Lead Voluette^R ، 50 میلی گرم درلیتر Pb ، را درون یک بالن ژوژه پلاستیکی 100 میلی لیتر بریزید و با آب مقطر به حجم برسانید . این محلول را قبل از استفاده تهیه کنید .

منحنی کالیبراسیون را با استفاده از محلول استاندارد بدست آمده تنظیم کنید ، MORE و OPTIONS را روی منوی برنامه موجود فشار دهید . STANDARD ADJUST را فشار دهید .

1- ON را فشار دهید . ADJUST را برای تایید غلظت‌های نمایش داده شده فشار دهید.
تعداد غلظت وارد کرده را تایید کنید، سپس OK و بعد ADJUST را فشار دهید.

کارآیی روش

دقت:

استاندارد : $50 \mu\text{g/L Pb}^{2+}$

برنامه	95% حدود توزیع اطمینان
283	45-55 میکروگرم در لیتر سرب

میزان حساسیت:

بخشی از منحنی	جذب	غلظت
محدوده رنج	0/01	4 میکرو گرم در لیتر

خلاصه روش:

محلول اسیدی سرب ، Pb^{2+} ، در یک نمونه آب شرب ابتدا در ستون استخراج سریع تغلیظ می شود . سپس سرب از استخراج گر شسته می شود به روش رنگ سنجی با یک اندیکاتور در طول موج 477 نانومتر قابل اندازه گیری می شود.

مواد مصرفی و موارد جایگزین

معرف مورد نیاز :

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
LeadTrak® Reagent Set	1	20/pkg	23750-00

وسایل مورد نیاز :

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No
Beaker, polypropylene, 150-mL	2	each	1080-44
Beaker, polypropylene, 250-mL	1	each	1080-46
Clamp, 2-prong extension	1	each	21145-00
Clamp Holder	1	each	326-00
Cylinder, graduated polypropylene, 25-mL	1	each	1081-40
Cylinder, graduated polypropylene, 100-mL	1	each	1081-42
Dropper, 0.5 and 1.0 mL marks	1	2/pkg	21247-20
Sample Cells, 1-inch square, 10-mL	1	2/pkg	24954-02
Support for Ring Stand	1	each	563-00

معرفهای هضم و استاندارد های مورد نیاز و وسایل:

Description	Unit	Cat. No.
Flask, volumetric, polypropylene, 1000 mL	each	20995-53
Flask, volumetric, polypropylene, 100 mL	each	20995-42
Lead Standard Solution, 1000-mg/L as Pb	100 mL	12796-42
Lead Standard Solution, 50-mg/L 10-mL Voluette® Ampules	16/pkg	14262-10
Lead Standard Solution, 10-mg/L	25 mL	23748-20
Nitric Acid, ACS	500 mL	152-49
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	each	19700-01

ادامه جدول

Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	50/pkg	21856-96
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	1000/pkg	21856-28
Pipet, volumetric, Class A, 1.00 mL	each	14515-35
Pipet Filler, safety bulb	each	14651-00
Pipet, volumetric, 10.00 mL	each	14515-38
Water, deionized	4 L	272-56

معرف اختیاری :

Description	Cat. No.
pPb-1 Acid Preservative Reagent	23685-31

اندازه گیری فلز سرب به روش دی تیزون با دستگاه Dr 5000

PowderPillows

Method 8033

محدود قابل اندازه گیری با دستگاه (3 to 300µg/L)

این روش قابل اندازه گیری برای آب و فاضلاب است ؛ سازمان حفاظت محیط زیست آمریکا این روش را برای آنالیز فاضلاب به همراه عملیات هضم توصیه نموده است .

آماده سازی نمونه:

توجه :

به نکات زیر قبل از آزمایش

برای دقت در نتایج آزمایش، یک نمونه شاهد برای هر نمونه تهیه کنید .
ظروف شیشه ای را با اسید نیتریک 1:1 و سپس با آب مقطر بشوئید .
نمونه های دارای کدورت را قبل از انجام آزمایش صاف کنید. با استفاده از فیلتر ممبران جذب سرب را روی کاغذ صافی کاهش دهید .
نتایج بصورت µg/L سرب گزارش می شود .
اگر نمونه ها فوراً آنالیز نمی شوند ، در ظروف شیشه ای یا پلاستیکی که با اسید شسته شده ، جمع آوری کنید
نمونه ها تا 6 ماه در آزمایشگاه قابل نگهداری است ، pH را به 2 یا کمتر با اسید نیتریک (در حدود 2 میلی لیتر اسید برای هر لیتر نمونه) برسانید. با هیدروکسید سدیم 5 نرمال pH را به 2/5 قبل از انجام آنالیز برسانید .
برای دقت بیشتر در نتایج ، در مرحله 10 این روش ، با استفاده از pH متر pH را در محدوده 11/0 تا 11/5 تنظیم کنید. افزودن 5 قطره محلول استاندارد هیدروکسید سدیم را در مرحله 11 روش حذف کنید .
پودر DithiVer بطور کامل در کلروفرم حل نمی شود .
معرف شاهد :
معرف DithiVer را دور از نور و گرما نگاهدارید. روش مناسب تهیه محلول ، معرف پودری فلزات 10 DithiVer به بطری 500 میلی لیتری کلروفرم بیافزائید و چندین بار تکان دهید تا خوب مخلوط شود (ممکن است پودر کاملاً حل نشود). محلول دی تیزون رادر بطری شیشه ای تیره رنگ نگاهدارید . این محلول برای 24 ساعت پایدار است .
قبل از آزمایش MSDS را بخوانید، معرف پودری برای پوست خطرناک است .
معرف پودری روی دقت آزمایش اثر می گذارد .

تهیه وسایل زیر:

مواد و وسایل مورد نیاز	مقدار
Citrate Buffer Powder Pillows	1
Chloroform	500 mL
DithiVer Metals Reagent Powder Pillows	1
Lead Reagent Set	1
Potassium Cyanide	2 g
Sodium Hydroxide solution, 5.0 N	5 mL
Sodium Hydroxide Standard Solution, 5.0 N	varies
Cotton Balls	1
Clippers	1
Cylinder, 50-mL graduated mixing	1
Cylinder, 5-mL graduated	1
Cylinder, 50-mL graduated	1
Cylinder, 250-mL graduated	1
Funnel, 500-mL separatory	1
Spoon, measuring, 1.0-g	1
Support Ring (4-inch) and Stand (5 x 8-inch base)	1

احتیاط: سیانید یک ماده سمی کشنده است و از هود استفاده کنید. در محلولهای حاوی سیانیداز تشکیل گاز سیانید در pH 11 یا بالاتر جلوگیری نمایید .

روش کار:

- 1- آزمایش را انتخاب کنید (**Lead Dithizon** 280) .
- 2- جای سل چهار گوش را در دستگاه انتخاب کنید .
- 3- نمونه را داخل یک مزور 250 میلی لیتر بریزید .
- 4- نمونه را به درون قیف دکانتور 500 میلی لیتر بریزید .
- 5- بافر **PowderPillows** را برای فلزات سنگین ، نوع سیترات ، بیافزائید . قیف را تکان دهید تا مخلوط شود.
- 6- تهیه محلول **DithiVer** : 50 میلی لیتر کلروفرم حاوی **DithiVer** فلزات را در یک مزور 50 میلی لیتر بریزید . معرف **PowderPillows** را به کلروفرم بیافزائید . درپوش مزور را گذاشته و مخلوط کنید .
- 7- 30 میلی لیتر محلول تهیه شده دی تیزون را با استفاده از یک مزور به قیف دکانتور بیافزائید . درپوش آنرا گذاشته و کاملاً مخلوط کنید . شیر قیف بسته باشد .
- 8- 5 میلی لیتر از محلول استاندارد هیدروکسید سدیم 5 نرمال را به قیف دکانتور بیافزائید.
- 9- در حین تکان دادن قیف دکانتور ، شیرخروجی آنرا را بعد از چند بار تکان دادن باز و بسته کنید.
- توجه:** اگر رنگ نارنجی ظاهر شد چند قطره محلول استاندارد اسید سولفوریک 5/25 نرمال را بیافزائید. رنگ سبز - آبی دوباره ظاهر می شود . از شاهد های با رنج بالا اجتناب کنید ، روش را با نمونه جدید تکرار کنید و هیدروکسید سدیم کمتری در مرحله 8 استفاده کنید .
- 10 - در ادامه استاندارد هیدروکسید سدیم 5 نرمال را قطره قطره به قیف بیافزائید و قیف دکانتور را بعد از ریختن هر قطره تکان دهید تا رنگ محلول در حین تکان دادن از آبی - سبز به نارنجی تبدیل شود . مقادیر بالای روی باعث عدم وضوح تغییر رنگ در نقطه ختم آزمایش می شود .
- 11- 5 قطره دیگر از محلول استاندارد هیدروکسید سدیم 5 نرمال را به قیف بیافزائید. رنگی صورتی در زیر لایه کلروفرم در صورت وجود سرب ظاهر می شود. بعد از افزودن سیانید پتاسیم در مرحله بعدی در صورت وجود سرب در محیط رنگ صورتی تثبیت خواهد شد.

12- با استفاده از پیمانۀ 1 گرمی ، 2 پیمانۀ سیانید پتاسیم به قیف دکانتور بیافزائید . کاملاً" تکان دهید تا سیانید پتاسیم حل شود . (حدود 15 ثانیه)

13- یک دقیقه صبر کنید تا لایه های جدا در قیف ایجاد شود ، لایه صورتی زیر کلروفورم در صورت وجود سرب در محیط ظاهر می شود .

14- آماده سازی نمونه : یک گلوله کتانی در قسمت خروجی شیر، قیف دکانتور قرار دهید و به آرامی لایه زیر کلروفورم را درون سل کوارتز 25 میلی لیتری با عبور از لایه کتانی درون شیر قیف خارج کنید . نمونه شوید .

اگر مانع ورود هوا یا برخورد نور خورشید با سل شوید ، کمپلکس دی تیزون سرب برای 3 دقیقه پایدار است.

15- آماده سازی شاهد: سل نمونه کوارتز 25 میلی لیتری دیگری را با کلروفورم تا خط نشانه سل پر کنید و درش را ببندید.

16- شاهد را در دستگاه قرار دهید .

17- صفر دستگاه را بنویسید . روی صفحه نمایش $0 \mu\text{g/L Pb}^{2+}$ نشان داده می شود .

18- 25 میلی لیتر نمونه آماده شده را داخل سل ریخته ، درون دستگاه قرار دهید . نتیجه براساس $\mu\text{g/L Pb}^{2+}$ داده می شود .

مزاحمتها : جدول 1: عناصر مداخله گر و میزان آنها

Interfering Substance	Interference Levels and Treatments
Highly buffered samples orextreme sample pH	All levels. See procedure below
Bismuth	All levels. See procedure below
Copper	All levels. See procedure below
Mercury	All levels. See procedure below
Silver	All levels. See procedure below
Tin	All levels. See procedure below

جدول 2: عناصری که مزاحمت ندارند

Aluminum	Lead
Antimony	Magnesium
Arsenic	Manganese
Calcium	Nickel
Chromium	Tin
Cobalt	Zinc
Iron	

مزاحمت فلزات جدول شماره 1 با روش ذیل، بعد از شروع مرحله 6 از بین می رود .

- 1- در حدود 5 میلی لیتر محلول Dithiver در قیف دکانتور بریزید. در قیف را ببندید ، بالعکس کنید تکان دهید و بعد شیر قیف را باز کنید . دوباره شیر را ببندید و قیف را برای 15 ثانیه به شدت تکان دهید . قیف را بر پایه ای قرار دهید ، تکان ندهید تا لایه جداسازی تشکیل شود (حدود 30 ثانیه). رنگ زرد ، قرمز ، یا برنز در زیر لایه (کلروفرم) در اثر حضور فلزات مزاحم ایجاد می شود . لایه زیر (کلروفرم) را از قیف دکانتور خارج نموده و در ظرفی جمع کنید.
- 2- استخراج را با افزودن 5 میلی لیتر محلول دی تیزون به قیف دکانتور تکرار کنید . (لایه زیری را در ظرفی مناسب جمع آوری کنید .)
- 3- محلول را با 2 یا 3 میلی لیتر کلروفرم برای حذف دی تیزون باقی مانده استخراج کنید ، دوباره لایه زیری را بعد از تخلیه از قیف ، جمع کنید.
- 4- روش را ادامه دهید ، با جایگزینی 28/5 میلی لیتر محلول دی تیزون تهیه شده بجای 30 میلی لیتر در مرحله 7 ادامه دهید.

تهیه استاندارد :

- 1- تهیه محلول استاندارد 10 میلی گرم در لیتر سرب :
10 میلی لیتر محلول استاندارد 100 میلی گرم در لیتر سرب را با 100 میلی لیتر آب مقطر درون یک بالن ژوژه 100 میلی لیتری بریزید .
 - 2- 0/2 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ با استفاده از پی پت به محلول استاندارد برای جلوگیری از جذب سرب در دیواره ظرف بیافزائید . با آب مقطر تا خط نشانه رقیق کنید و کاملاً مخلوط کنید .
 - 3- تهیه استاندارد 200 میکروگرم در لیتر سرب :
5 میلی لیتر از استاندارد 10 میلی گرم در لیتر سرب را با 245 میلی لیتر آب مقطر ، درون قیف دکانتور 500 میلی لیتر در مرحله 4 روش دی تیزون بیافزائید . محلولها را روزانه تهیه کنید .
روش سرب را مانند توضیحات بالا انجام دهید .
 - 4- منحنی کالیبراسیون با استفاده از محلول استاندارد قرائت شده تنظیم کنید، OPTIONS و MORE را روی منوی برنامه فشار دهید . STANDARD ADJUST را فشار دهید.
 - 5- ON را فشار دهید . ADJUST را برای پذیرفتن غلظتهای نمایش داده شده فشار دهید. تعداد غلظت واقعی را تایید کنید ، سپس OK و بعد ADJUST را فشار دهید .
- ### بررسی دقت آزمایش:
- 1- نمونه غیر افزایشی را داخل سل نمونه بریزید. دقت کنید واحد نمایش داده شده در دستگاه $\mu\text{g/L}$ باشد.
 - 2- Options و more را فشار دهید . standard additions را فشار دهید . یک مختصر استاندارد های افزایشی در روش کار می بینید .
 - 3- Ok را فشار دهید تا مقادیر قراردادی برای غلظت استاندارد ، حجم نمونه و حجمهای افزایشی پذیرفته شود . Edit را فشار دهید تا مقادیر تغییر کند . بعد پذیرفتن مقادیر داده شده ، قرائت نمونه غیر افزایشی در سطر بالا ظاهر خواهد شد . کاتالوگ را برای اطلاعات بیشتر نگاه کنید .
 - 4- استاندارد 50 mg/L Pb سرب فوراً باز کنید .
 - 5- با استفاده از میکرو پی پت (پی پت شیشه ای استفاده نشود) به سه نمونه 250 میلی لیتری ، استانداردهای 0/1 میلی لیتر ، 0/2 میلی لیتر ، 0/3 میلی لیتر به ترتیب بیافزائید و کاملاً مخلوط کنید .
 - 6- هر نمونه از استاندارد افزایشی را مانند توضیحات بالا آنالیز کنید . استانداردهای افزایشی را با فشار READ برای هر نمونه بخوانید .

7- بعد از تکمیل مراحل کار، GRAPH را بزنید تا مناسب ترین خط از نقاط داده های استاندارد افزایشی برای محاسبه ماتریکس مزاحمتها ایجاد شود. IDEAL LINE فشار دهید تا ارتباط بین نمونه های افزایشی و خط ایده آل 100% بازیابی شود.

کارآیی روش

دقت:

استاندارد: $150 \mu \text{g/L Pb}^{2+}$

برنامه	95% حدود توزیع اطمینان
280	140-160 میکروگرم در لیتر سرب

میزان حساسیت:

بخشی از منحنی	جذب	غلظت
محدوده رنج	0/01	2/3 میکروگرم در لیتر

خلاصه روش:

روش دی تیزون برای تعیین مقدار سرب در آب و فاضلاب ارائه شده است. معرف فلزات DithiVer پودر پایدارتری نسبت به دی تیزون است. یونهای سرب در محلول اصلی با دی تیزون وارد واکنش می شود و از رنگ صورتی به کمپلکس قرمز رنگ دی تیزون سرب تغییر می کند، که با کلروفرم استخراج می شود و در 515 نانومتر قابل اندازه گیری است.

معرفها و مواد مورد نیاز:

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Lead Reagent Set (100 Tests)	—	—	22431-00
Includes: (1) 14202-99, (2) 14458-17, (1) 12616-99, (2) 767-14, (1) 2450-53, (2) 2450-26			
Buffer Powder Pillows, citrate	1	100/pkg	14202-99
Chloroform, ACS	30 mL	4 L	14458-17
DithiVer Metals Reagent Powder Pillows	1	100/pkg	12616-99
Potassium Cyanide	0.1 g	125 g	767-14

ادامه جدول			
Sodium Hydroxide Solution, 5.0 N	5 mL	1000 mL	2450-53
Sodium Hydroxide Standard Solution, 5.0 N	varies	59 mL DB	2450-26

وسایل مورد نیاز :

Description	Quantity/Test	Unit	Cat. No.
Clippers, for opening powder pillows	1	each	968-00
Cotton Balls, absorbent	1	100/pkg	2572-01
Cylinder, graduated, 5-mL	1	each	508-37
Cylinder, graduated, 50-mL	1	each	508-41
Cylinder, graduated, 250-mL	1	each	508-46
Cylinder, graduated, mixing, 50-mL	1	each	1896-41
Funnel, separatory, 500-mL	1	each	520-49
pH Meter, sension™ 1, portable, with electrode	1	each	51700-10
Sample Cell, 1-inch square, 25 mL with cap	2	2/pkg	26126-02
Spoon, measuring, 1-g	1	each	510-00
Support Ring, 4"	1	each	580-01
Support Ring Stand, 5" x 8" base	1	each	563-00

استانداردهای مورد نیاز :

Description	Unit	Cat. No.
Lead Standard Solution, 100 mg/L Pb	100 mL	12617-42
Lead Standard Solution, 10-mL Voluette Ampules, 50-mg/L P	16/pkg	14262-10

معرفهای و وسایل انتخابی :

Description	Unit	Cat. No.
Ampule Breaker Kit	each	21968-00
Chloroform, ACS	500 mL	14458-49
Filter Discs, glass, 47 mm	100/pkg	2530-00
Filter Holder, glass, for 47-mm filter	each	2340-00
Flask, Erlenmeyer, 500-mL	each	505-49
Flask, filtering, 500-mL	each	546-49

ادامه جدول

Flask, volumetric, Class A, 100-mL	each	14574-42
Nitric Acid Solution, 1:1	500 mL	2540-49
Nitric Acid, ACS	500 mL	152-49
pH Paper, pH 1.0 to 11.0	5 rolls/pkg	391-33
Pipet, serological, 2-mL	each	532-36
Pipet, TenSette®, 0.1 to 1.0 mL	each	19700-01
Pipet Tips, for TenSette Pipet 19700-01	50/pkg	21856-96
Pipet, volumetric, 5.00-mL, Class A	each	14515-37
Pipet, volumetric, 10.00-mL, Class A	each	14515-38
Pipet Filler, safety bulb	each	14651-00
Sulfuric Acid, 5.25 N	100 mL MDB	2449-32
Water, deionized	4 liters	272-56

اندازه گیری سرب (Pb) با روش دی تیزون

1- بحث کلی

a - نمونه اسیدی شده دارای مقادیر میکروگرم سرب با محلول آمونیکال سیترات _ سیانید مخلوط می شود و در حضور معرف دی تیزون در محیط کلروفومی بشکل محلول سرب قرمزگیلاسی رنگ دی تیزون استخراج می شود. این محلول رنگی به روش فتومتری اندازه گیری می شود و ممکن است حجم نمونه با روش هضم به 2 لیتر هم برسد.

b-تداخلات : در محلولهای ضعیف سیانید آمونیکال با (9/5 تا 8/5 pH)، دی تیزون با بیسموت، قلع استانو و تالیوم یک ظرفیتی تولید کمپلکس رنگی می نماید. در محلولهای قوی سیانید _ سیترات آمونیکال (11/5 تا 10 pH) دی تیزونات این یونها ناپایدار است و اندکی استخراج می شود.

این روش در pH بالا، مخلوط رنگی، برای استخراج دی تیزون به تنهایی استفاده می شود. مزاحمت ناشی از ترکیبات استانو و تالیوم یک ظرفیتی وقتی یونها طی هضم مقدماتی اکسیده می شوند، کاهش می یابد. یک تغییر روش باعث حذف مداخله گر بیسموت، تالیوم و قلع می شود.

این مزاحمت با استفاده از مقادیر نزدیک بهم غلظتهای دی تیزون در نمونه ها، استانداردها و شاهد کنترل و اندازه گیری می شود. جذب دی تیزون در محلول کلروفورم در طول موج 510 نانومتر اندازه گیری می شود.

روش دی تیزون بدون وجود مزاحمت برای مقادیر صفر تا 30 میکروگرم سرب در حضور 20 میکروگرم Ti^{+} ، 100 میکروگرم Sn^{2+} ، 200 میکروگرم In^{3+} ، و 1000 میکروگرم از هر کدام فلزات زیر:

$Ba^{2+}, Cd^{2+}, Co^{2+}, Cu^{2+}, Mg^{2+}, Mn^{2+}, Hg^{2+}, Sr^{2+}, Zn^{2+}, Al^{3+}, Sb^{3+}, As^{3+}, Cr^{3+}, Fe^{3+}, V^{3+}, Po_4^{3-}$
 SO_4^{2-} قابل استفاده است.

مقادیر به گرم فلزات قلیایی ایجاد مزاحمت نمی کنند. تغییر در روش از مزاحمت بیش از اندازه مقادیر بیسموت یا قلع جلوگیری می کند.

c-آماده سازی نمونه : تمام نمونه ها را با HNO_3 غلیظ به pH کمتر از 2 برسانید و از مصرف زیاد اسید بپرهیزید. 5 میلی لیتر محلول 0/1 نرمال به نمونه ها، برای جلوگیری از کاهش ترکیبات نارنجی رنگ سرب فرار، هنگام تکان دادن و هضم نمونه بیافزائید. یک شاهد از آب مقطر بدون سرب بدین روش آماده کنید.

d- هضم نمونه

(هضم با اسید نیتریک - اسید پرکلریک)

به حجم مشخصی از نمونه در زیر هود 5 میلی لیتر اسید HNO_3 غلیظ بیافزائید و یک شیشه ساعت روی آن بگذارید. نمونه را روی هیتر حرارت دهید تا حجم به 15 تا 20 میلی لیتر برسد و پس از سرد کردن ظرف نمونه، 10 میلی لیتر از هر یک از اسیدهای HNO_3 و HClO_4 را به نمونه بیافزائید و در حرارت کم روی هیتر تبخیر، تا نمونه تغلیظ شود. اگر نمونه شفاف نبود، جوشاندن را ادامه دهید تا نمونه شفاف شود. نمونه را در هوای آزمایشگاه سرد و صاف کنید و به حجم 50 میلی لیتر برسانید.

کمترین غلظت قابل اندازه گیری: محلول دی تیزون $1 \mu\text{g Pb}/10 \text{ mL}$ است.

2- وسایل کار:

a- اسپکتروفتومتر برای اندازه گیری در طول موج 510 نانومتر.

b- pH متر

c- قیف جداکننده: 250 میلی لیتر با لوله Squibb. همه ظروف شیشه ای را با HNO_3 1+1 و آب مقطر بشوئید.

بورت اتوماتیک: برای کاهش خطا استفاده کنید.

3- معرفیها

همه نمونه ها با آب مقطر بدون سرب تهیه کنید.

a- محلول استوک سرب: 0/1599 گرم نترات سرب، $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ (با درجه خلوص 99/5%) را در 200 میلی لیتر آب مقطر حل کنید. 10 میلی لیتر HNO_3 غلیظ بیافزائید و تا 1000 میلی لیتر در بالن با آب مقطر رقیق کنید. و یا 0/1 گرم فلز سرب خالص را در 20 میلی لیتر HNO_3 1+1 حل کنید و تا 1000 میلی لیتر با آب مقطر رقیق کنید: 1 میلی لیتر = 100 میکروگرم سرب است.

b- محلول کار سرب: 2 میلی لیتر از محلول استوک سرب با 100 میلی لیتر آب مقطر به حجم برسانید، 1 میلی لیتر = 2 میکروگرم سرب است.

c- اسید نیتریک 1+4: 200 میلی لیتر HNO_3 غلیظ با 1 لیتر آب مقطر به حجم برسانید.

d- آمونیوم هیدروکساید، 9+1 NH₄OH : 10 میلی لیتر NH₄OH را با آب مقطر به 100 میلی لیتر برسانید .

e- محلول سیترات _ سیانید کاهنده : 400 گرم آمونیوم سیترات (NH₄) HC₆H₅O₇، 20 گرم سولفیت سدیم (Na₂SO₃) ، 10 گرم هیدروکسیل آمین هیدرو کلراید NH₂OH-HCL، 40 گرم پتاسیم سیانید KCN (سمی است) در آب مقطر حل کنید و به حجم یک لیتر برسانید. این محلول را با 2 لیتر NH₄OH غلیظ مخلوط کنید.

توجه: با دهان مکش نکنید و در زیر هود تهیه کنید .

f- محلول استوک دی تیزون : دی تیزون مورد استفاده در تهیه محلول استوک دی تیزون باید دارای درجه خلوص 100% باشد..

برای محلولهای دی تیزون که قوی تر از 0/001% (w/v) نیست، غلظت دقیقی را از تقسیم جذب محلول در طول موج 606 نانومتر با قابلیت جذب مولار $10^3 * 40.6$ محاسبه کنید .

در زیر هود ، 100 میلی گرم دی تیزون را در 50 میلی لیتر کلروفرم در بشر 150 میلی لیتر با استفاده از کاغذ صافی با قطر 7 سانتی متر صاف کنید. نمونه صاف شده را در قیف دکانتور 500 میلی لیتر یا در یک ارلن مایر 125 میلی لیتر بریزید . بشر را دوبار با 5 میلی لیتر کلروفرم بشوئید و صاف کنید و کاغذ صافی را سه باره بار با 5 میلی لیتر کلروفرم بشوئید . 100 میلی لیتر NH₄OH 1+99 به قیف دکانتور بیافزائید و به آرامی برای یک دقیقه هم بزنید . بیش از حد نمونه را تکان ندهید و اجازه دهید لایه های جدا در سطح کلروفرم ایجاد شود .

لایه ایجاد شده کلروفرم را به قیف جدا کننده 250 میلی لیتر انتقال دهید تا جایی که لایه قرمز _ نارنجی دارای آب در قیف دکانتور 500 میلی لیتر باقی بماند . با تکرار استخراج لایه کلروفرم را در قیف دکانتور 250 میلی لیتری دیگری ریخته و لایه آبدار را با استفاده از NH₄OH 1+99 در قیف دکانتور 500 میلی لیتری ابتدای استخراج بریزید . استخراج را با انتقال لایه آبدار به قیف دکانتور 500 میلی لیتری تکرار کنید و اینکار لایه کلروفرم را استخراج کنید .

استخراجها را در قیف دکانتور 500 میلی لیتر بریزید و HCL 1+1 در بخشهای 2 میلی لیتر بیافزائید و بعد از هر افزودن مخلوط کنید تا رسوبات دی تیزون و محلول قرمز _ نارنجی بلافاصله با سه بار افزودن 25 میلی لیتر کلروفرم استخراج کنید . مخلوط استخراجی را با کلروفرم به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

1mL=100µg dithizone

g- محلول کاردی تیزون : 100 میلی لیتر از محلول استوک دی تیزون را با کلروفرم به حجم 250 میلی لیتر برسانید. $1\text{mL}=40\mu\text{g dithizone}$.

h- محلول دی تیزون مخصوص : 250 میلی گرم دی تیزون را در 250 میلی لیتر کلروفرم حل کنید. این محلول بدون تصفیه تهیه می شود. بعلت اینکه استخراجهای مورد استفاده دور ریخته می شوند.

i- محلول سولفیت سدیم : 5 گرم Na_2SO_3 در 100 میلی لیتر آب مقطر حل کنید .

z-محلول ید : 40 گرم KI در 25 میلی لیتر آب مقطر حل کنید ، سپس 12/7 گرم ید بیافزائید و با آب مقطر به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

4- روش کار :

a-آزمایش با نمونه هضم شده :

به یک نمونه هضم شده که بیش از 1 میلی لیتر اسید غلیظ ندارد ، 20 میلی لیتر HNO_3 1+4 بیافزائید و با کاغذ صافی در یک قیف دکانتور 250 میلی لیتر صاف کنید . ظرف را با 50 میلی لیتر آب مقطر شستشو و پس از صاف کردن به قیف دکانتور بیافزائید . 50 میلی لیتر محلول آمونیکال سیتريت- سیانید به قیف دکانتور بیافزائید ، مخلوط کنید و اجازه دهید تادمای آزمایشگاه خنک شود . 10 میلی لیتر محلول کار دی تیزون را بیافزائید ، در قیف را بسته و به شدت برای 30 ثانیه هم بزنید و اجازه دهید لایه های جدا ایجاد شود .

پنبه ای در دهانه شیر خروجی قیف جدا ساز قرار دهید و لایه پایینی را دور بریزید . 1 تا 2 میلی لیتر لایه کلروفرم را دور بریزید ، سپس سل جذب را از نمونه پر کنید و جذب استخراجی را در طول موج 510 نانومتر اندازه گیری کنید. با استفاده از محلول کار دی تیزون گفته شده در بخش 3g ، صفر دستگاه اسپکتروفوتومتر را تنظیم کنید.

b-آزمایش بدون هضم نمونه : به 100 میلی لیتر نمونه اسیدی شده با $\text{pH}=2$ ، 20 میلی لیتر HNO_3 1+4 و 50 میلی لیتر محلول کاهنده سیانید سیتترات افزوده و در یک قیف دکانتور 250 میلی لیتری بریزید و مخلوط کنید سپس 10 میلی لیتر محلول کار دی تیزون را افزوده و روش را مانند قسمت a4 دنبال کنید.

c-منحنی کالیبراسیون : منحنی جذب را برای 5 غلظت استاندارد و شاهد ترسیم کنید . غلظت سرب استخراجی را در منحنی تعیین کنید ،همه غلظتها بر حسب ، استخراج نهایی $\mu\text{g pb} / 10 \text{ mL}$ می باشد .

d-حذف مزاحمت‌های اضافی : دی تیزونات بیسموت ، قلع و تالیوم متفاوت از دی تیزونات سرب در جذب ماکزیم می باشد .

جذب این نمونه ها در طول موج 510 نانومتر و 465 نانومتر اندازه گیری می شود . جذب تصحیح شده نمونه را در هر طول موج ، از جذب شاهد در همان طول موج کم کرده و محاسبه کنید .

نسبت تصحیح شده جذب در طول موج 510 نانومتر و 465 نانومتر را محاسبه کنید .

نسبت تصحیح شده جذب برای دی تیزونات سرب 2/08 است و برای دی تیزونات بیسموت 1/07 است . اگر این نسبت کمتر از 2/08 باشد ، آزمایش را با یک نمونه جدید 100 میلی لیتر انجام دهید ، اگر نمونه هضم نشده باشد ، 5 میلی لیتر محلول Na_2SO_3 برای کاهش نگاهدارنده ید بیافزائید. pH نمونه را با استفاده از pH متر با افزودن HNO_3 +4 و 1 یا NH_4OH +9 به 2/5 برسائید ، آنها را به قیف جدا کننده 250 میلی لیتر انتقال دهید ، نمونه را با حداقل 3 بار حجم 10 میلی لیتر محلول مخصوص دی تیزون استخراج کنید، یا تازمانی که لایه سبز در کلروفرم قابل تشخیص شود . با 20 میلی لیتر کلروفرم برای حذف دی تیزون استخراج را ادامه دهید (حذف لایه سبز) . 20 میلی لیتر HNO_3 +4 ، 50 میلی لیتر محلول کاهنده سیانید - سیترات ، 10 میلی لیتر محلول دی تیزون کار بیافزائید و مانند بخش 4a استخراج کنید و جذب را اندازه گیری کنید .

5- محاسبه :

$$\text{mg pb/L} = \mu\text{g pb (in 10 mL, from calibration curve) / mL sample}$$

اندازه گیری فلزات با دستگاه اتمیک ابزوربشن

هضم فلزات

الف - هضم فلزات با اسید نیتریک به همراه اسید های کمکی

1-انتخاب اسید : اسید نیتریک بیشتر نمونه ها را هضم می کند(بخش E3030) . نیترات یکی از ماتریکسهای قابل قبول برای روش فلیم ، اتمیک ابزوربشن الکتروترمال و برای ICP-MS است . برخی نمونه ها برای هضم به افزودن پرکلریک ، هیدروکلریک، هیدروفلوریک یا سولفوریک اسید نیاز دارند . این اسیدها ممکن است باعث مداخله در آنالیز برخی فلزات و ماتریکسهای کمتر برای دو روش الکتروترمال و آنالیزهای ICP-MS شوند .

می توان از جدول ذیل بعنوان یک راهنما در تعیین نوع اسید همراه با اسید نیتریک برای هضم نمونه استفاده نمود.. عموماً " اسید نیتریک نه تنها مناسب برای نمونه های صاف شده یا موادی که به راحتی اکسید می شوند، می باشد ، بلکه برای هضم با اسیدهای ترکیبی $\text{HNO}_3\text{-H}_2\text{SO}_4$ یا $\text{HNO}_3\text{-HCL}$ برای مواد آلی قابل اکسید شدن و هضم با اسیدهای ترکیبی $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4$ یا $\text{HNO}_3\text{-HClO}_4\text{-HF}$ برای نمونه هایی که اکسید شدن مواد آلی یا معدنی به همراه ترکیبات سیلیکات دارد نیز مناسب می باشد .

انواع اسید مورد استفاده با HNO_3 برای عملیات هضم در نمونه صاف شده

توصیه نشده	ممکن موثر باشد	توصیه شده	اسید
Th,Pb	Sb,Ru,Sn	Ag	HCL
Ag,Pb,Ba	-	Ti	H ₂ SO ₄
-	مواد آلی	-	HClO ₄
-	مواد سیلیس	-	HF

روش هضم: نمونه های دارای غلظتهای بالاتر از 1 میلی گرم در لیتر Ag را به مقادیر کمتر از 1 میلی گرم در لیتر Ag برای اندازه گیری با روش فلیم اتمیک ابزوربشن رقیق کنیدو به غلظت 25 میکروگرم در لیتر یا کمتر برای آنالیز با دستگاه الکتروترمال رقیق کنید . نقره در اسید نیتریک به راحتی حل نمی شود و برای هضم آن از روش هضم ارائه شده در ذیل استفاده کنید.(هضم با اسید نیتریک – اسید هیدروکلریک)

ب - هضم فلزات با HNO₃- HCL :

در این روش هضم ، حجم مشخصی از نمونه کاملاً مخلوط شده را درون یک ارلن یا بشربریزید . سپس 2 میلی لیتر HNO₃ 1+1 و 10 میلی لیتر HCL 1+1 بیافزایید و روی دهانه آن یک شیشه ساعت بگذارید و روی هیتر یا بن ماری حرارت دهید تا حجم به 25 میلی لیتر برسد ، نمونه را سرد نموده و صاف کنید ، سپس با آب مقطر به حجم 100 میلی لیتر برسانید .

بعلت اینکه اسیدهایی که در هضم استفاده می شوند، ممکن است فلزاتی را به نمونه ها و شاهد اضافه کنند بنا براین ، حداقل حجم اسیدهای مصرفی استفاده شود .

حجم نمونه های پیشنهاد شده در زیر برای روش اسپکتروفتومتری اتمیک ابزوربشن استفاده می شود.

غلظت فلزات تخمین زده شده به میلی گرم در لیتر	حجم نمونه به میلی لیتر
<0/1	1000
0/1-10	100
10-100+	10

محاسبه غلظت مطابق با فرمول زیر می باشد :

$$\text{غلظت فلز بر حسب میلی گرم در لیتر} = A \times \frac{B}{C}$$

A = غلظت فلز در محلول هضم شده میلی گرم در لیتر

B = حجم نهایی محلول هضم شده ، میلی لیتر ،

C = حجم نمونه ، میلی لیتر

روش هضم فلزات با اسید نیتریک

روش هضم با اسید نیتریک با استفاده از تکنیهای دستگاهی ، روش مناسبی برای آنالیز نمونه ها در مقادیر بالاتر از ($\geq 0/1\text{mg/L}$) می باشد .

1- هضم نمونه در غلظت های بالای ($> 0/1\text{mg/L}$):

الف - وسایل مورد نیاز

a - هیتر

b - ارلن مایر 125 میلی لیتر ، یا بشر 150 میلی لیتر، که با اسید و سپس با آب مقطر شستشو داده شده است.

c - بالن ژوژه 100 میلی لیتری

d - شیشه ساعت.

ب- معرف : اسید نیتریک غلیظ ، با درصد خلوص بالا

ج- روش کار :

100 میلی لیتر نمونه اسیدی شده و خوب مخلوط شده را درون یک بشر یا ارلن بریزید. 5 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ در زیر هود به نمونه بیافزائید . اگر از بشر استفاده کردید برای کاهش آلودگی نمونه ، با یک شیشه ساعت دهانه بشر را بپوشانید . تعدادی پرل شیشه ای برای تنظیم نقطه جوش و جلوگیری از خطر پاشیدن اسید بیافزائید ، وقتی سطوح غلظت بالای ($> 10 \text{ mg/L}$) باشد . نمونه تبخیر شده و نجوشد و حجم آن به 10 تا 20 میلی لیتر برسد . تبخیر و افزودن اسید نیتریک غلیظ را ادامه دهید تا هضم نمونه کامل و نمونه شفاف شود .

توجه: نمونه در طول فرآیند هضم خشک نشود .

ارلن یا دیوارهای بشر و در صورت نیاز شیشه ساعت را با آب مقطر بشویید و سپس در صورت نیاز نمونه را صاف کنید . ظرف نمونه صاف شده را با 5 میلی لیتر آب مقطر در دو مرحله شسته و به بالن ژوژه 100 میلی لیتر منتقل کنید ، نمونه را سرد کرده ، به حجم رسانده و کاملاً مخلوط کنید . بخشی از این محلول را برای سنجش فلزات استفاده کنید .

اندازه گیری فلز جیوه ، روش اسپکتروفتومتری جذب اتمی به روش بخار سرد.

وسایل کار :

در صورت امکان برای آزمایش جیوه ، از ظروف شیشه ای استفاده کنید و از ظرفی که برای اندازه گیری مقادیر بالای جیوه و آنالیزهای TKN (اندازه گیری ازت آمونیاکی و آلی) ، COD یا CL- بکار برده شده است، استفاده نکنید .

a – دستگاه اتمیک ابزوربشن اسپکترومتر و تجهیزات مربوطه:

وسایل و تجهیزات مخصوص طراحی شده برای اندازه گیری جیوه به کمک روش بخار سرد، از نظر تجاری باید قابل دسترس یا جایگزینی باشد.

اجزای دستگاه:

a- اسپکترومتر اتمیک ابزوربشن : شامل یک منبع نور (لامپ کاتدیک یا لامپ کاهنده الکتروود) ، که طیف خطی عنصر قابل اندازه گیری را ساطع می کند ، یک وسیله برای تبخیر نمونه که معمولاً شعله است، مونوکروماتور یا فیلتر با شکاف قابل تنظیم، و دکتور فتو الکتریک با اتصال به تقویت کننده الکترونیکی و تجهیزات اندازه گیری .

b- شعله : عمومی ترین نوع شعله مخلوطی است .

c- قرائت داده ها: بیشتر دستگاهها مجهز به یک مکانیزم خروجی دیجیتالی می باشند که مدرنترین آنها مجهز به یک میکرو پرسور با اندازه گیری کامپیوتری بانضمام قابلیت جذب سیگنالهای با زمان بالا و منحنی کالیبراسیون خطی در غلظتهای بالا می باشد .

d- لامپها: لامپ کاتدیک یا لامپ تخلیه الکتروود (EDL) . که برای هر عنصر قابل اندازه گیری استفاده می شود. لامپهای کاتدیک برای چند عنصر عموماً حساسیت پایین تری از لامپهای تک عنصری دارند. لامپ EDL برای گرم شدن و ثبیت به زمان طولانی تری نیاز دارند.

e- شیر کاهنده فشار: برای تنظیم فشار دستگاه با بکارگیری. یک شیر کاهنده فشار برای هر گاز ، فشار گاز را کنترل کنید.

f- دریچه: در حدود 15 تا 30 سانتی متری بالای شعله یک دریچه برای زدودن دود و بخارات ناشی از شعله وجود دارد ، که این دریچه پرسنل آزمایشگاه را از بخارات سمی و دستگاه فلیم را در برابر بخارات خورنده محافظت می کند. یک دمنده برای جلوگیری از نوسان جریان هوا نیاز است، که سایز دمنده با توصیه سازنده دستگاه انتخاب می شود.

b - سل جذب ، یک لوله شیشه ای یا پلاستیکی با قطر تقریباً " 2/5 سانتی متر و یک لوله بلندتر 11/4 سانتی متر (ترجیحاً " لوله 15 سانتی متری) را هم می توان استفاده کرد .تبدیل گاز و خروجی روزنه (با قطر 6/4 میلی متر)به اندازه 1/3 سانتی متر از انتهای هر کدام اتصال دهید .

c- سل کمکی (همراه): که در بالای شعله اکسید نیتروژن و در مسیر پرتونور ، برای حداکثر عبور نصب کنید.

d- پمپ هوا: پمپ با سرعت 2 لیتر هوا در دقیقه ، تنظیمات کمپرسور هوا یا سیلندر هوا هم در حد قابل قبول باشند.

e- اندازه گیری جریان (فلومتر): قابلیت اندازه گیری جریان 2لیتر در دقیقه را داشته باشد.

f- لوله هوادهی ، یک لوله مستقیم شیشه ای با ضریب تخلخل برای استفاده در فلاسک واکنش می باشد .

g- فلاسک واکنش ، ارلن مایر 250 میلی لیتر یا بطری BOD ، با یک چوب پنبه که دارای یک لوله هوادهی متصل به آن می باشد .

h- لوله خشک : با ابعاد 18×150 میلی متر ، محتوی 20 گرم ترکیب $Mg(ClO_4)_2$. یک لامپ 60 وات با نور مناسب در کنار سل جذب جایگزین ، تا مانع از کندانه شدن رطوبت شود .
محل قرار گیری لامپ مناسب باشد تا دمای سل در حد 10 درجه سانتی گراد باشد .

i- لوله اتصال ، لوله ای شیشه ای برای عبور بخار جیوه از ارلن مایر به سل جذب و اتصال بداخل سایر قسمتها، لوله تمیز پلاستیکی از جنس وینیل ممکن جایگزین لوله شیشه ای شود.

3- معرفیها:

a- آب مقطر عاری از یون فلزی :

b- محلول استوک جیوه: 0/1354 گرم کلرید جیوه را در 70 میلی لیتر آب مقطر حل کنید ، 1 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ بیافزائید و به حجم 100 میلی لیتر برسانید: 1/00 میلی لیتر = 1/00 میلی گرم جیوه دارد.

c- محلول استاندارد جیوه: یک سری استاندارد جیوه صفر تا 5 میکروگرم در لیتر با رقتهای مناسب از محلول استوک جیوه با آب مقطری که حاوی 10 میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ باشد تهیه کنید . استاندارد ها را روزانه تهیه نمائید.

d- اسید نیتریک غلیظ ، HNO_3 .

e- محلول پرمنگنات پتاسیم: 50 گرم KMnO_4 را با آب مقطر درون بالن ژوژه به حجم یک لیتر برسانید.

f- محلول پرسولفات پتاسیم: 50 گرم $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ را با آب مقطر درون بالن ژوژه به حجم یک لیتر برسانید.

g- محلول سدیم کلراید - هیدروکسیل آمین سولفات: 120 گرم NaCl و 120 گرم H_2SO_4 .
 $(\text{NH}_2\text{OH})_2$ در آب حل کرده و با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید .

یک محلول 10% هیدروکسیل آمین هیدروکلراید ممکن است جایگزین هیدروکسیل آمین سولفات شود.

h- محلول یون استانو (Sn^{2+}): از استانوکلراید (در قسمت زیر شماره 1) ، یا استانوسولفات (در قسمت زیر شماره 2)، برای تهیه محلول دارای 7 گرم Sn^{2+} در 100 میلی لیتر استفاده کنید.

(1) 10 گرم SnCl_2 در آب مقطر حاوی 20 میلی لیتر HCl غلیظ حل کنید و به حجم 100 میلی لیتر برسانید.

(2) 11 گرم SnSO_4 در آب مقطر حاوی 7 میلی لیتر H_2SO_4 غلیظ حل کنید و به حجم 100 میلی لیتر برسانید .

هر دو محلول به مرور زمان تجزیه می شوند . اگر یک حالت سوسپانسیون ایجاد شد ، معرفیها را به طور مداوم در طول زمان مصرف هم بزنید .

i- H_2SO_4 غلیظ .

4- روش کار :

a- آماده سازی دستگاه: به دلیل وجود مدل‌های مختلف اتمیک طبق دستورالعمل موجود در کاتالوگ ، دستگاه را نصب کنید.

لامپ کاتدیک برای فلز مورد نظر رادر دستگاه نصب کنید ومقدار طول موج آن را از روی کاتالوگ دستگاه مربوطه تنظیم نمایید.

تنظیم شکاف دستگاه برای اندازه گیری عناصر (جیوه) طبق نظر سازنده دستگاه انجام شود. دستگاه را روشن وجریان گاز را برقرار کنید، اجازه دهید تا دستگاه گرم شود. 10 تا 20 دقیقه پس از تعدیل جریان و گرم شدن دستگاه ، جریان مورد نیاز ایجاد می شود، تا حداقل انرژی کسب شود . لامپ را مطابق دستورالعمل کارخانه سازنده تنظیم کنید.

شعله پخش کن رادر مکان مناسب نصب وتنظیم کنید . شیر هوا را باز کنید و جریان هوا را با ایجاد یک ماکزیمم حساسیت برای اندازه گیری فلز طبق کاتالوگ دستگاه تنظیم نمایید .گاز استیلن را باز کنید، سرعت آن را تنظیم وشعله را روشن کنید .برای چند دقیقه شعله کار کند، یک شاهد از آب مقطر که دارای همان غلظت اسید در استاندارد و نمونه می باشد را به دستگاه بدهید و صفر دستگاه را تنظیم کنید. یک محلول استاندارد به دستگاه بدهید و جریان مکش (بخار) را تنظیم نمایید، تا حداکثر حساسیت ایجاد شود .شعله را به طور عمودی و افقی تنظیم کنید تا حداکثر باز دهی ایجاد شود . یک استاندارد دی رابه دستگاه دهید .جذب این استاندارد(که به روز تهیه شود) را بخوانید. دستگاه آماده کار می باشد . وقتی آنالیزها تمام شد ،ابتدا گاز استیلن و بعد هوا را ببندید .

دستگاه را در طول موج 253/7 نانومتر برای جیوه تنظیم کنید . سل جذب را نصب و در مسیر حداکثر عبور نور قرار دهید .

تجهیزات مرتبط به سل را با لوله شیشه ای یا پلاستیکی وینیل بعنوان شاخص در جدول ذیل متصل کنید جریان هوا را باز کنید و جریان خروجی را تا 2 لیتر در دقیقه تنظیم نمایید . اجازه دهید هوا به طور مداوم جریان یابد ، و بدنبال آن اتصالات را چک کنید .

(توجه : استفاده از لامپ فلورسنت ممکن صدای دستگاه را کاهش دهد.)

جدول 1: دقت و صحت آزمایشگاهی برای روش بخار سرد اسپکترومتری اتیمیک ابزوربشن جهت اندازه گیری جیوه

Form	Conc $\mu\text{g/L}$	SD $\mu\text{g/L}$	Relative SD %	Relative Error %	No. of Participants
Inorganic	0.34	0.077	22.6	21.0	23
Inorganic	4.2	0.56	13.3	14.4	21
organic	4.2	0.36	8.6	8.4	21

b- استاندارد سازی : 100 میلی لیتر از محلولهای استاندارد جیوه به ترتیب: 1, 2, 5 میکروگرم در لیتر جیوه و یک شاهد 100 میلی لیتر آب مقطر رابطور جداگانه به ارلن مایر یا فلاسک واکنش 250 میلی لیتری منتقل کنید. 5 میلی لیتر اسید سولفوریک و $2/5$ میلی لیتر اسید نیتریک و سپس 15 میلی لیتر محلول پرمنگنات پتاسیم به هر ظرف بیافزائید و اجازه دهید 15 دقیقه بماند . 8 میلی لیتر محلول $\text{K}_2\text{S}_2\text{O}_8$ را به هر ظرف اضافه و تا 2 ساعت در حمام آب 95 درجه سانتی گراد گرم کنید سپس تا دمای آزمایشگاه سرد نمایید. برای حذف KMnO_4 اضافی مقدار کافی محلول $\text{NaCl-hydroxyl-amin}$ و سپس 5 میلی لیتر محلول SnCl_2 یا SnSO_4 را بیافزائید و فوراً " ظرف را به تجهیزات هوادهی متصل کنید . همان طور که جیوه تبخیر می شود بخار به درون سل جاذب حرکت می کند ، جذب در ظرف چند ثانیه به میزان زیادی افزایش می یابد ، به محض اینکه ثبات به خط اصلی باز میگردد، درپوش ظرف واکنش را بردارید و ظرف حاوی آب مقطر را بگذارید ، سیستم را برای چند ثانیه بشوئید و استاندارد بعدی را در همان وضعیت قرار دهید . یک منحنی استاندارد بوسیله نقاط ماکزیمم میکروگرم های جیوه بدست می آید .

c- آماده سازی نمونه ها : 100 میلی لیتر نمونه که حاوی بیش از 5 میکروگرم جیوه در لیتر نباشد درون ظرف واکنش (ارلن مایر) بریزید و (ادامه مانند قسمت 4b) . آب شور ، آب نمکها و جریانهای حاوی کلراید بالا به افزودن 25 میلی لیتر محلول پرمنگنات پتاسیم نیاز دارند. در طول مرحله اکسیداسیون ، کلرایدها به کلر آزاد تبدیل شده و در طول موج 253 نانومتر جذب می شوند . کلر آزاد نمونه به آرامی با هوا یا نیتروژن بعد از افزودن hydroxylamine بدرون سل هدایت و حذف می شود.

از یک لوله جداساز برای جلوگیری از حمل رسوب SnCl_2 استفاده کنید زیرا باعث کاهش مقدار جیوه موجود می شود.

5- محاسبه : بزرگترین پیک را از نمونه های ثبت شده انتخاب کنید و مقدار جیوه را از منحنی استاندارد بدست آمده از قسمت 4b ببینید .

منابع مورد استفاده :

**1- STANDARD METHODS FOR THE EXAMINATION OF WATER &
WASTEWATER -21st Edition, 2005.**

2- Procedures Handbook . Dr5000 Spectrophotometer ,April 2005.