|  |  |
| --- | --- |
| **برمین** | **bromine** |
| **فرمول شیمیایی**: Br2**وزن مولکولی**:82/159 | **CAS** : 7726-95-6**RTECS** : EF9100000 |
| **اسامی مترادف**:- |
| **ویژگی ها**: مایع ؛ دانسیته g/mL 119/3 در ˚c 20؛ نقطه جوش ˚c 78/58 ؛ فشار بخار mmHg 175 (kPa 3/23) در ˚c 20  |
| **حدمجاز**: **NIOSH**: 0.1 ppm; 0.3 ppm STEL  **ACGIH**: 0.1 ppm; 0.3 ppm STEL  **OSHA**: 0.1 ppm  |
| **احتیاطات ویژه**:اسید سولفوریک بر روی پوست، چشم و غشای مخاطی اثر خورندگی بالایی دارد. از پوشش حفاظتی مناسب استفاده کرده و در زیر هود با آن کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. سدیم تیوسولفات؛ خلوص آزمایشگاهی
2. آب مقطر دیونیزه
3. محلول جداسازی: Na2S2O3 6 میلی مولار ؛ 474/0 گرم Na2S2O3 را در 500 میلی لیتر آب مقطر دیونیزه حل کنید.
4. حلال: NaHCO3 25/0 میلی مولار/ Na2CO3 4 میلی مولار/ پاراسیانوفنول 78/0 میلی مولار ؛ 041/0 گرم NaHCO3 ، 848/0 گرم Na2CO3 و 186/0 گرم پاراسیانوفنول را در 2 لیتر آب مقطر دیونیزه فیلتر شده حل کنید.
5. محلول مهار کننده: اسید سولفوریک 025/0 نرمال؛ 8/2 میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را با 4 لیتر آب مقطر دیونیزه رقیق کنید.
6. محلول استوک کالیبراسیون،1 میلی گرم بر میلی لیتر (به صورت آنیون):149/0 گرم برمید پتاسیم را در 100 میلی لیتر آب مقطر حل کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر غشایی نقره ای، 25 میلی متری با پورسایز 45/0 میکرون (Costar/Nuclepore, Poretics یا انواع مشابه) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل (Costar/Nuclepore).

 پیش فیلتر از جنس PTFE ، با پد پشتیبان PTFE و پور سایز 5/0 میکرون (Gelman Zefluor, SKC یا انواع مشابه) یا از جنس پلی استر با پورسایز 4/0 میکرون (Costar/Nuclepore) به همراه پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل.کاست پلی پروپیلنی دارای روکش کربنی (مات)، 25 میلی متری، با پوشش الحاقی 50 میلی متری (Costar/Nuclepore یا Gelman). (شکل 1)1. در قسمت خروجی کاست پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و فیلتر را قرار داده و پوشش الحاقی را با دقت قرار دهید.
2. در قسمت ورودی (بالای) پوشش الحاقی پد پشتیبان پلاستیکی متخلخل و پیش فیلتر را قرار داده و قسمت ورودی کاست را با دقت قرار دهید.
3. کاست را با باند یا نوار بپوشانید.
4. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 1 – 3/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
5. یون کروماتوگراف، آشکارساز هدایتی ، مهارکننده میکروغشایی آنیون AMMS، دستگاه ثبت نمودار و ستون
6. بطری 30 میلی لیتری، با دهانه پیچ دار، پلی اتیلنی، با رنگ مات یا کهربایی
7. میکرو پیپت مصرفی
8. پیپت 20 میلی لیتری
9. بالن ژوژه 10 و 100 میلی لیتری
10. 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 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 1 – 3/0 برای عبور حجم هوای 8 تا 360 لیتر انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار را گذاشته و برای انتقال آماده کنید.
 |
| **آماده سازی**:نکته: هالیدهای نقره نسبت به نور حساس هستند. هنگام انتقال و آماده سازی، نمونه ها را از نور دور نگه دارید.1. در محیط کم نور یا در زیر نور قرمز، کاست را باز کرده و فیلتر را به بطری کهربایی رنگ انتقال دهید. 3 میلی لیتر Na2S2O3 6 میلی مولار را افزوده و درپوش بطری را ببندید.

نکته: می توانید پیش فیلتر را دور انداخته، یا اینکه آن را برای آنالیز هالیدهای ذره ای بکار گیرید. 1. به مدت 10 دقیقه نمونه ها را رها کنید، البته گهگاهی آن را بچرخانید.

نکته: زمانی که نمونه ها واجذب می شوند، دیگر حساسیت چندانی به نور ندارند.1. درپوش بطری را باز کرده و 7 میلی لیتر آب مقطر به آن بیفزایید و حجم محلول را به 10 میلی لیتر برسانید.
2. برای تزریق مستقیم نمونه یا انتقال آن به ویال اتوسمپلر، نمونه را به سرنگ پلاستیکی انتقال دهید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه با حداقل 6 استاندارد کاربردی که گستره ی 2/0 تا 15 میکروگرم برماید را درهر میلی لیتر نمونه پوشش دهد کالیبره کنید.
* مقدار مشخصی از محلول استوک کالیبراسیون را در بالن ژوژه 10 میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.
* استانداردهای کاربردی را به طور هفتگی آماده کنید.
* 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 یون برماید در هر نمونه).
1. سه شاهد و سه آنالیت spike شده را برای اطمینان از اینکه منحنی کالیبراسیون تحت کنترل است، آنالیز کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. یون کروماتوگراف را در شرایط زیر بر اساس دستورالعمل سازنده قرار دهید:
* آنالیت( ماده مورد تجزیه): یون برماید
* حلال: NaHCO3 25/0 میلی مولار/ Na2CO3 4 میلی مولار/ پاراسیانوفنول 78/0 میلی مولار (mL/min 2)
* جداسازی:3 میی لیتر Na2S2O3 6 میلی مولار
* حجم تزریق: Lµ 50
* ستون ها: Dionex HPIC-AG4A guard, HPIC-AS4A separator, MFC-1 precolumn, AMMS anion suppressor

نکته: مقادیر بالای Ag+ و Ag(S2O3)2 عملکرد ستون را مختل می کند. 1. 50 میکرولیتر از نمونه را به طور دستی یا توسط اتوسمپلر تزریق کنید. در تزریق دستی برای اطمینان از شسته شدن کامل لوپ نمونه mL 3 – 2 نمونه را تزریق کنید.
2. ارتفاع پیک را اندازه بگیرید.

نکته: اگر ارتفاع پیک مربوط به نمونه از رنج خطی منحنی استاندارد بیشتر شد، نمونه را با آب مقطر رقیق کرده، مجددا آنالیز کنید و در محاسبات ضریب ترقیق مناسب را به کار گیرید. |
| **مداخله گرها**: سولفید هیدروژن ایجاد تداخل منفی می کند. برمیک اسید تداخل مثبت ایجاد می کند.  |
| **محاسبات**:1. جرم بر حسب میکروگرم یون برماید موجود در نمونه اصلی (W) و نمونه شاهد (B) را توسط منحنی کالیبراسیون محاسبه کنید.
2. محاسبه غلظت (C) برمین در حجم واقعی هوای نمونه برداری شده (V) بر حسب لیتر:

$$C= \frac{W-B}{V} , mg/m^{3}$$  |

**شکل 1 – نمونه بردار فیلتر نقره ای**

****