

## واکنش انواع سدیم فسفات‌ها با سدیم فلورید در سنتز SFP

سکینه مفتاح\*<sup>+</sup>، رویا کیانی انبوهی، سیده فخرالطلوع معصومی

تهران، دانشگاه تهران، پردیس علوم، جهاد دانشگاهی واحد تهران، گروه پژوهشی شیمی کاربردی

**چکیده:** سدیم مونوفلوروفسفات  $(SFP) Na_2PO_2F$  به عنوان یک ماده ضد باکتری و قارچ کش در ساخت خمیردندان‌های فلئوئوردار کاربرد دارد. روش‌های متعددی برای تولید این ماده مطرح است، اما در بسیاری از موارد بهره واکنش فراورده کم گزارش شده است. با توجه به تنوع انواع فسفات‌ها، در این پژوهش به منظور دستیابی به بهره عمل مطلوب، واکنش انواع فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها با سدیم فلورید مورد بررسی قرار گرفته است. یافته‌های حاصل بیان‌گر آن است که از واکنش سدیم اورتوفسفات (۱P) و سدیم پیروفسفات (۲P) و سدیم تری پلی فسفات (۳P) با سدیم فلورید، SFP با خلوص مورد نظر تولید نمی‌شود. وجود  $P_2O_5$  موجب افزایش خلوص می‌شود همچنین، از واکنش فسفات‌های حلقوی و بلند زنجیره ( $n \geq 12$ )، SFP با خلوص مناسب به دست می‌آید. انجام واکنش در دمای بالا و مدت زمان طولانی به دلیل تجزیه حرارتی SFP موجب تشکیل پیروفسفات می‌شود. از نتیجه‌های آزمایش‌ها در گستره‌ی دمایی ۸۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد مشخص شد که در مدت زمان کم‌تر از ۱۵ دقیقه، بهترین شرایط برای تولید فراورده مورد نظر با بالاترین بهره عمل (به تقریب ۱۰۰ درصد) و خلوص (بالای ۹۵ درصد) به دست می‌آید. مناسب‌ترین شرایط دمایی حاصل از به‌کارگیری سدیم فسفات خطی بلند زنجیره، ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد و برای ۲M و ۴M با NaF و ۲P و ۳P همراه با  $P_2O_5$ ، ۶۶۰ درجه سانتی‌گراد است. آنالیز نمونه‌ها بر مبنای روش استاندارد مرجع USP انجام شده است.

**واژه‌های کلیدی:** فلئو فسفریک اسید، فسفر و فلئوریدریک اسید، سدیم فسفات‌ها، سدیم پلی فسفات‌ها، سدیم فلورید، سنتز سدیم مونوفلوروفسفات.

**KEY WORDS:** Fluophosphoric acid, Phosphoro fluoridric acid, Sodium phosphates, Sodium polyphosphates, Sodium fluoride, Synthesis of sodium monofluorophosphate.

### مقدمه

مورد نیاز صنایع بهداشتی به ویژه در ساخت خمیردندان‌های فلئوئوردار مورد توجه قرار گرفته و به عنوان یک ماده موثر در جلوگیری از پوسیدگی دندان و پایدار کننده مینا، طی سال‌های اخیر جایگزین سدیم فلورید شده و ورود آن به کشور روند افزایشی داشته است. تاکنون روش‌های متعددی برای تولید

نظر به این‌که افزودنی‌های شیمیایی از نیازهای مبرم صنایع دارویی، آرایشی، بهداشتی، غذایی و دیگر صنایع ذریبط است و سالانه مبالغ هنگفتی ارز برای واردات آنها از کشور خارج می‌شود، توجه به تولید آنها در کشور از اهمیت ویژه‌ای برخوردار است. در همین راستا سنتز SFP، به عنوان یک ماده

\*عهدہ دار مکاتبات

+E-mail: Smeftah@ut.ac.ir

- دسیکاتور خلاء با قابلیت تنظیم دما، ساخت شرکت Townson & Mercer انگلستان.
- آون معمولی، Heraew ساخت آلمان.
- دستگاه پتانسیومتر مجهز به الکتروود یون فلئوئر Corning Ion Analyzer ۲۵۰ pH/mV meter.
- دستگاه XRD مدل Xpert ساخت شرکت Philips هلند.

### شرح آزمایش

انواع سدیم فسفات‌ها و پلی فسفات‌های خشک و پودر شده شامل انواع سدیم فسفات‌های زنجیری (شیشه ای) سنتز شده در آزمایشگاه، سدیم اورتوفسفات (۱P)، سدیم پیرو فسفات (۲P)، تری متافسفات (۳M)، تترامتافسفات (۴M) و سدیم تری پلی فسفات (۳P) هر یک به‌طور جداگانه با سدیم فلورید خشک و پودر شده با حفظ نسبت استوکیومتری یک به یک از فسفر و فلئوئر ( $P/F=1/1$ ) مخلوط شده و پس از رسیدن دمای کوره به حد مورد نظر، مقدار ۱۰ گرم از مخلوط در یک بوته نقره ای درب دار داخل کوره بسته و به دور از رطوبت هوا قرار گرفت. دمای مورد نظر به گونه‌ای تنظیم شد که برای انجام عمل ذوب کافی باشد (۸۰۰-۶۰۰ درجه سانتی‌گراد).

پس از انجام عملیات ذوب، فراورده‌ی مذاب به سرعت داخل دسیکاتور سرد شد و SFP به صورت فراورده‌ی جامد و سفید رنگ حاصل شد. آزمایش سدیم فسفات‌های غیر زنجیری، با توجه به حساس بودن محیط واکنش به رطوبت در مجاورت  $P_2O_5$  به همراه مقادیر اضافی سدیم فلورید نیز مورد بررسی قرار گرفت. پس از انجام آزمون‌های کیفی، اندازه‌گیری pH و میزان کم شدن وزن نمونه در اثر خشک کردن، تعیین درصد یون  $F^-$  به روش پتانسیومتری و با استفاده از الکتروود ویژه یون فلئوئر، درصد خلوص SFP نیز بر اساس مرجع استاندارد USP آنالیز شد [۱۶].

### روش آنالیز

#### روش کیفی

افزون بر آزمون‌های کیفی، شناسایی نمونه مطلوب سنتز شده به روش XRD نیز انجام شد.

#### روش کمی (روش استاندارد)

تعیین درصد یون فلئوئر ( $F^-$ ) به روش پتانسیومتری

در انجام آزمایش مربوط به تعیین حد مجاز یون فلئوئر از ظروف پلاستیکی استفاده شد.

این ماده گزارش شده که افزون بر روش‌هایی که به طور صرف در مقیاس آزمایشگاهی مطرح هستند [۱ و ۲] می‌توان از واکنش فسفریک اسید با محلول HF [۳]، واکنش فسفات‌ها یا پلی فسفات‌ها با HF گازی [۴] و انجام عملیات ذوب با به کارگیری انواع سدیم فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها با سدیم فلورید به عنوان شاخص‌ترین روش‌های سنتز SFP نام برد [۹-۵].

بررسی‌ها نشان می‌دهد، بازدهی عمل با استفاده از روش‌های محلول و گازی پایین بوده و روش مذاب مناسب‌ترین روش از جنبه‌های اقتصادی، فراورده محصول، بازدهی عمل، عدم پیچیدگی فرایند و سرعت واکنش است.

در این روش امکان استفاده از هر یک از فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها وجود دارد، لیکن به علت پایین بودن کیفیت و بهره عمل در بسیاری موردها فراورده‌ی به‌دست آمده جواب‌گوی نیاز صنایع بهداشتی نیست. در این مقاله واکنش انواع فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها با سدیم فلورید به روش مذاب برای دستیابی به فراورده‌ی با کیفیت و بهره مناسب مورد بررسی قرار می‌گیرد.

شناسایی و تجزیه فراورده به روش‌های کلاسیک و دستگاهی از جمله UV [۱۰]، IR و رامان [۱۱ و ۱۲]، NMR [۱۳] و X-Ray [۱۴ و ۱۵] قابل انجام است. لیکن در این تحقیق، با توجه به تنوع مواد اولیه به کارگیری شده و فراورده‌ی به‌دست آمده، برای شناسایی و اندازه‌گیری خلوص افزون بر آزمون‌های کیفی، اندازه‌گیری pH، از روش پتانسیومتری (با استفاده از الکتروود ویژه یون فلئوئر) برای تعیین درصد یون فلئوئر و روش اختصاصی مرجع USP برای تعیین خلوص فراورده [۱۶] استفاده می‌شود.

### بخش تجربی

#### مواد شیمیایی

برای تعیین مواد اولیه مناسب برای انجام واکنش تولید SFP از  $NaF$ ،  $NaH_2PO_4$ ،  $Na_2HPO_4$ ،  $Na_3P_2O_7$ ،  $Na_4P_2O_7$ ،  $Na_4P_2O_6$  با درجه خلوص صنعتی،  $P_2O_5$  مرک و  $Na_3P_2O_9$ ،  $Na_4P_4O_{12}$  و  $Na_4P_4O_{13}$  و سدیم پلی فسفات با درجه پلیمریزه شدن‌های متفاوت: ۴۵، ۲۲، ۱۲،  $(NaPO_3)_n$   $n=6$  سنتز شده در آزمایشگاه استفاده شد. از آنجا که واکنش‌ها نسبت به رطوبت حساس هستند لذا همه واکنش‌ها در شرایط خشک انجام شده است.

#### دستگاه‌ها

- کوره الکتریکی مدل GallenKamp ساخت انگلستان با ابعاد  $12 \times 15 \times 24$  cm و دارای دریچه خروج بخارات احتمالی.

حجم تیترانت به کارگیری شده ثبت شد و در نهایت درصد  $\text{Na}_2\text{PO}_4\text{F}$  در نمونه سدیم مونوفلوروفسفات مطابق فرمول زیر محاسبه شد:

$$[F] = \frac{(14395/189984) - (5V_a + V_b)(M)/(W)}{(14395/98)}$$

$M$  = ملاریته دقیق توریم نیترات ۲۵ درصد مولار

$W$  = وزن نمونه‌ی به کارگیری شده سدیم مونوفلوروفسفات

$F$  = درصد یون فلورید اندازه‌گیری شده

$14395/98$  = وزن مولی سدیم مونوفلوروفسفات

$18/9984$  = وزن اتمی فلورید

### نتیجه‌ها و بحث

با به کارگیری روش مذاب برای تولید SFP، واکنش انواع فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها با سدیم فلورید مورد آزمایش و بررسی قرار گرفت.

شکل ۱ رابطه بین میزان SFP با طول زنجیره را به خوبی نشان می‌دهد. در مدت زمان مشابه و دماهای گوناگون ملاحظه می‌شود که وقتی طول زنجیره از ۳ به ۶ تغییر می‌یابد خلوص SFP تولید شده افزایش چشم‌گیری دارد. وقتی طول زنجیره از ۱۲ بالاتر باشد در هر دمای مشخص، با افزایش طول زنجیره خلوص SFP چندان تغییر نمی‌کند. بر اساس این شکل، دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد خلوص و بهره عمل بهتری را نسبت به دماهای بالاتر نشان می‌دهد.

باتوجه به شکل ۲، افزایش مدت زمان واکنش تأثیر قابل توجهی بر خلوص فراورده نداشته، بلکه در بیشتر موردها در زمان‌های کوتاه‌تر (کم‌تر از ۳۰ دقیقه) SFP با خلوص و بهره عمل بالاتری تولید می‌شود.

نتیجه‌های تجربی بیانگر آن است که از واکنش سدیم فسفات زنجیری با NaF در دمای ۶۰۰ درجه سانتی‌گراد، SFP با خلوص خوبی به دست می‌آید. مطلوب‌ترین نتیجه‌ها در گستره‌ی ۱۲۰-۶ دقیقه، با طول زنجیره بالاتر از ۱۲ و زمان‌های کمتر از ۳۰ دقیقه حاصل می‌شود.



واکنش‌های سایر ترکیبات با توجه به دمای لازم برای انجام عملیات ذوب در ۶۶۰ درجه سانتی‌گراد مورد بررسی قرار می‌گیرد، چرا که دماهای بالاتر (تا ۸۰۰ درجه سانتی‌گراد) در زمان‌های کوتاه تأثیر قابل توجهی بر خلوص SFP ندارد.

مطابق شکل ۳، از واکنش تری پلی فسفات (۳P) با سدیم فلورید

تهیه محلول بافر: به ۵۵ گرم سدیم کلرید، ۵۰۰ گرم سدیم سیترات، ۲۵۵ گرم سدیم استات و ۳۰۰ میلی لیتر آب اضافه شد. سپس با افزودن ۱۱۵ میلی لیتر استیک اسیدگلاسیال و ۳۰۰ میلی لیتر ایزوپروپیل الکل به آن pH به ۵/۵-۵/۰ رسید.

تهیه محلول استاندارد و نمونه: ابتدا فراورده‌ی استاندارد مادر محتوی  $1105 \mu\text{g/ml}$  سدیم فلورید که دارای  $500 \mu\text{g}$  یون فلورید است با محلول بافر رقیق شده، محلول‌هایی شامل یون فلورید با غلظت‌های  $100$ ،  $50$ ،  $20$ ،  $10 \mu\text{g/ml}$  تهیه شد. ۲۰ میلی لیتر از محلول  $18 \text{g/lit}$  نمونه با محلول بافر تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق شد.

روش: به طور پیوسته پتانسیل استانداردها و نمونه‌های مورد نظر بر حسب میلی ولت (mV) به وسیله‌ی یک pH متر دارای قابلیت  $\pm 0.2$  میلی‌ولت مجهز به یک الکتروود ویژه‌ی یون فلورید- کالومل اندازه‌گیری شد.

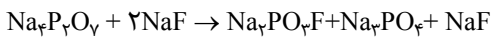
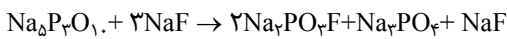
نمودار لگاریتم غلظت یون فلورید بر حسب  $\mu\text{g/ml}$  هر یک از استانداردهای تهیه شده بر حسب پتانسیل (mV) رسم و سپس با اندازه‌گیری پتانسیل نمونه‌ها، میزان یون  $\text{F}^-$  تعیین شد. یون فلورید در نمونه مطلوب نباید بیشتر از ۱/۲ درصد باشد.

### تعیین درصد سدیم مونوفلوروفسفات

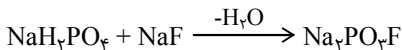
بافر مونوکلرواستات: ۱۸۹ گرم مونوکلرواستیک اسید و ۵۵ گرم سدیم هیدروکسید با آب تا حجم ۲۰۰۰ میلی لیتر رقیق شد. توریم نیترات ۲۵ درصد مولار: ملاریته تیترانت توریم نیترات با به کارگیری ۲۰ میلی لیتر محلول استاندارد مادر در مجاورت معرف سدیم آلیزارین سولفونات و با تنظیم اسیدیته‌ی محلول و افزایش بافر مونوکلرواستات تعیین شد.

روش: ۲۰ میلی لیتر از محلول  $18 \text{g/lit}$  نمونه را در یک فلاسک مناسب که دارای ۷۰ میلی لیتر سولفوریک اسید رقیق (۱ در ۲) می‌باشد ریخته و تقطیر شد. حاصل تقطیر در مجاورت معرف سدیم آلیزارین سولفونات و تنظیم اسیدیته‌ی محلول با افزایش سدیم هیدروکسید (۱ در ۵۰) و هیدروکلریدریک اسید رقیق (۱ در ۱۶۰) تا از بین رفتن کامل رنگ صورتی و افزایش یک میلی لیتر بافر مونوکلرواستات با تیترانت توریم نیترات ۲۵ درصد مولار تا رسیدن به یک رنگ صورتی پایدار تیترا شده و حجم آن ثبت شد. سپس به پس مانده تقطیر  $400$  میلی لیتری سدیم آلیزارین سولفونات افزوده، با تنظیم اسیدیته، افزایش بافر مونوکلرواستات و تیترا کردن آن با توریم نیترات ۲۵ درصد مولار،

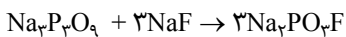
مقدار بسیار کمی از SFP تولید می‌شود. در عوض از واکنش پیرو فسفات (۲P)، SFP با خلوص و بهره عمل بیشتری به دست می‌آید.



سدیم اورتوفسفات (۱P) بهره عمل به نسبت خوبی را به ویژه در گستره‌ی زمانی ۱۰-۲۰ دقیقه نشان می‌دهد، لیکن نتیجه‌ها به طور کامل مطلوب حاصل نمی‌شود.

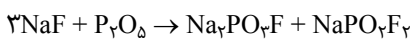


واکنش سدیم تری متیلن فسفات (تری متافسفات حلقوی) با NaF یک واکنش قدیمی و شناخته شده است. افزایش زمان واکنش، خلوص SFP را کاهش می‌دهد در حالی که در دمای مذکور و زمان ۱۰ دقیقه بالاترین بهره عمل از SFP مشاهده می‌شود. سدیم تترامتیلن فسفات (تترامتافسفات حلقوی) در شرایط دمایی و زمان مشابه بالاترین بهره عمل را از SFP تولید می‌کند



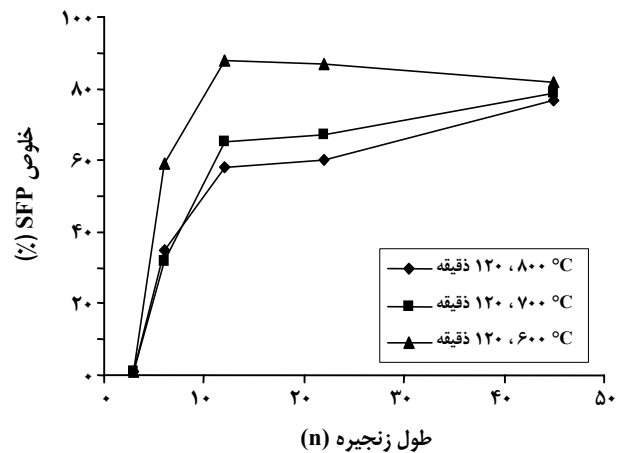
داده‌های طیفی XRD نمونه سنتز شده از ۳M و NaF (در دمای ۶۶۰ درجه سانتی‌گراد و زمان ۱۰ دقیقه) نیز تاییدی بر تولید SFP با خلوص بالاست. طیف XRD نمونه مذکور و مقایسه آن با نمونه استاندارد وارداتی در شکل‌های ۴ تا ۶ ارائه شده است.

مقایسه داده‌های طیفی بیانگر آن است که موقعیت ۲θ پیک‌های اصلی کاملاً با یکدیگر و با کارت استاندارد مربوطه (شماره ۱۲۱۵-۱۸) مطابقت می‌نماید. عدم وجود پیک‌های شاخص NaF (کارت استاندارد شماره ۱۴۵۵-۳۶) نشان‌دهنده کیفیت مطلوب محصول مورد نظر است. بر اساس آزمایش از واکنش مستقیم  $\text{P}_2\text{O}_5$  با سدیم فلورید، SFP توأم با ناخالصی به دست می‌آید.

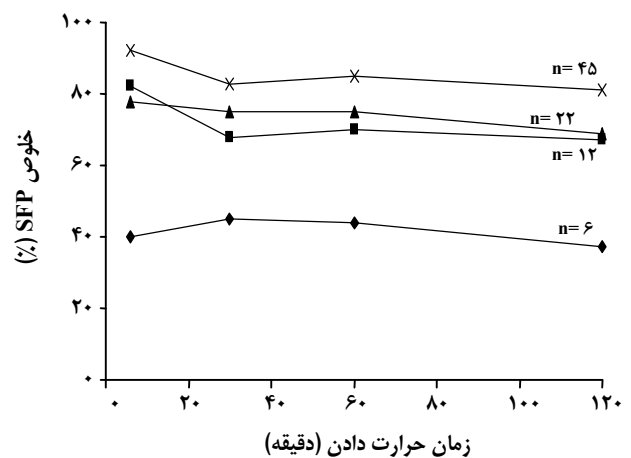


حفظ نسبت اتمی یک به یک از فسفر و فلورین (P/F=۱/۱) در مورد واکنش فسفات‌های زنجیری، فسفات‌های حلقوی ۳M و ۴M و ۱P با سدیم فلورید برای دستیابی به بالاترین بهره عمل مناسب می‌باشد، لیکن واکنش ۲P و ۳P در مجاورت  $\text{P}_2\text{O}_5$  بالاترین بهره عمل و خلوص SFP را موجب می‌شود.

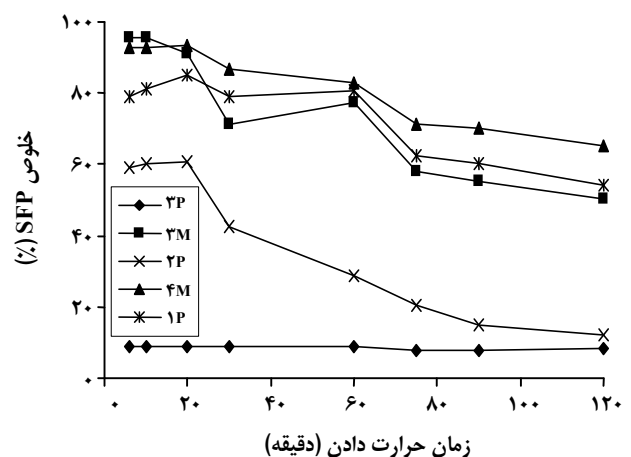
اگر در مجاورت  $\text{P}_2\text{O}_5$  نسبت P/F کمتر یا بیشتر از یک شود



شکل ۱- رابطه بین خلوص SFP و طول زنجیره.

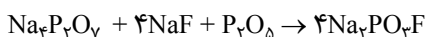
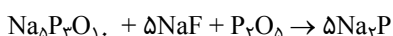


شکل ۲- رابطه بین خلوص SFP و مدت زمان حرارت دادن در واکنش سدیم فسفات‌های زنجیری با NaF (۶۰۰ °C).

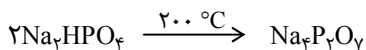
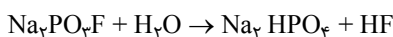


شکل ۳- رابطه بین خلوص SFP و مدت زمان حرارت دادن در سیستم NaF - (۱P)، (۲P)، (۳P)، (۳M)، (۴M) (۶۰۰ °C).

بهره عمل فرآورده کم می‌شود. اگر  $P/F > 1/1$  باشد ماده شیشه‌ای شکل دیده می‌شود و اگر  $P/F < 1/1$  باشد هنوز مقداری از سدیم فلورید در مخلوط باقی است. در مقایسه شکل ۳ و ۷ اثر چشم‌گیر  $P_2O_5$  بر واکنش  $2P$  و  $3P$  نشان داده شده است.



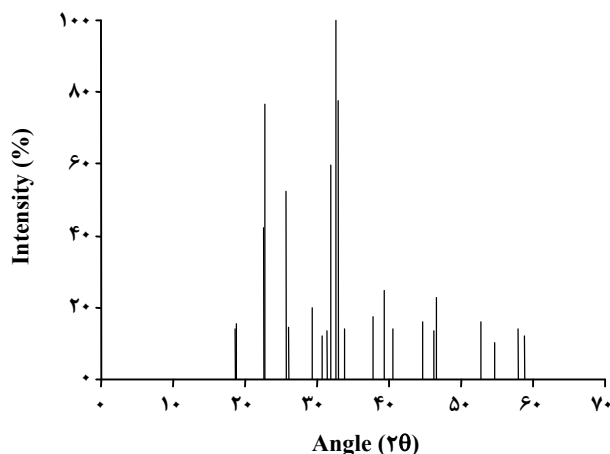
بررسی‌ها نشان می‌دهد مطابق معادله‌های زیر، آب کافت و تجزیه حرارتی SFP در مدت زمان طولانی امکان تشکیل فرآورده‌ی جانبی ناخواسته را در واکنش فراهم می‌کند و به همین دلیل مطابق شکل ۷ در زمان‌های بالاتر از ۳۰ دقیقه، افزایش مقادیر جزیی  $P_2O_5$  به همراه NaF اضافی متناسب با پیروفسفات مشاهده شده، موجب افزایش خلوص SFP می‌گردد.



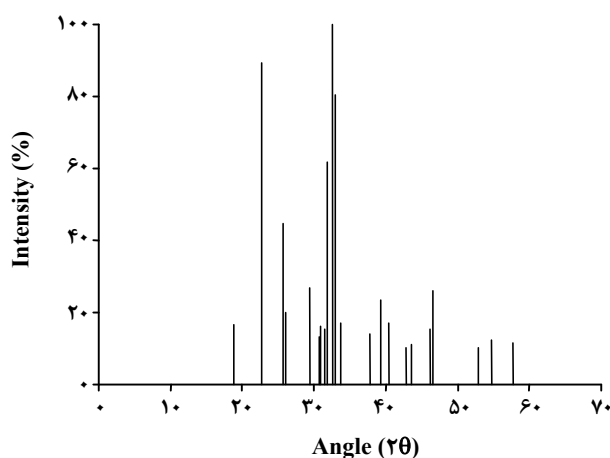
شکل ۸ تشکیل سدیم پیروفسفات را به عنوان محصول جانبی ناخواسته نشان می‌دهد. مشاهده‌ها بیانگر آن است که در برخی موارد، با افزایش دما بهره عمل فرآورده کاهش می‌یابد ولی در عوض مقدار سدیم پیروفسفات افزایش یافته است. واکنش‌ها در زمان بیش از یک ساعت مقادیرهای فراوانی از سدیم پیروفسفات را تولید می‌کند.

از جمع بندی این بحث‌ها می‌توان نتیجه گرفت که: از واکنش انواع متفاوت فسفات‌ها و پلی فسفات‌ها با سدیم فلورید SFP تولید می‌شود، لیکن بهره عمل و خلوص فرآورده‌ی متفاوت است. نتیجه‌ها بیانگر آن است که سدیم فسفات‌های بلند زنجیره ( $n \geq 12$ ) قابلیت تولید SFP با بهره عمل و خلوص مناسب را دارند. از واکنش‌های  $1P$  و  $2P$  و  $3P$  با سدیم فلورید، SFP با بهره عمل مطلوب حاصل نمی‌شود اما در مجاورت  $P_2O_5$  خلوص فرآورده افزایش می‌یابد. از واکنش فسفات‌های حلقوی  $3M$  و  $4M$  با سدیم فلورید، SFP با نتیجه‌های مطلوب حاصل می‌شود و واکنش در مجاورت  $P_2O_5$  و زمان‌های طولانی‌تر، فرآورده با خلوص مطلوب‌تر تولید می‌نماید.

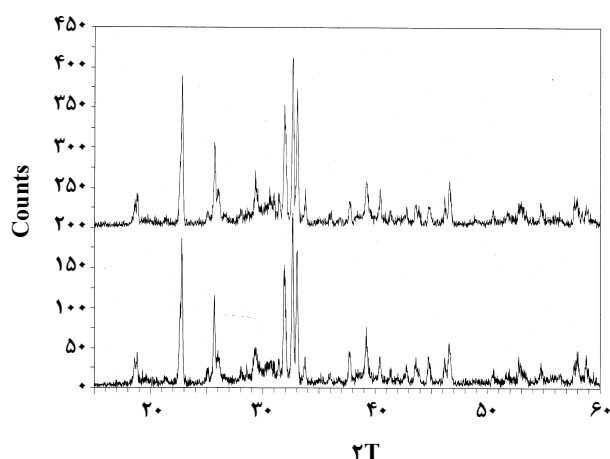
لازم به ذکر است انجام واکنش در دمای بالا و زمان طولانی به دلیل تجزیه حرارتی SFP موجب تشکیل سدیم پیروفسفات می‌شود.



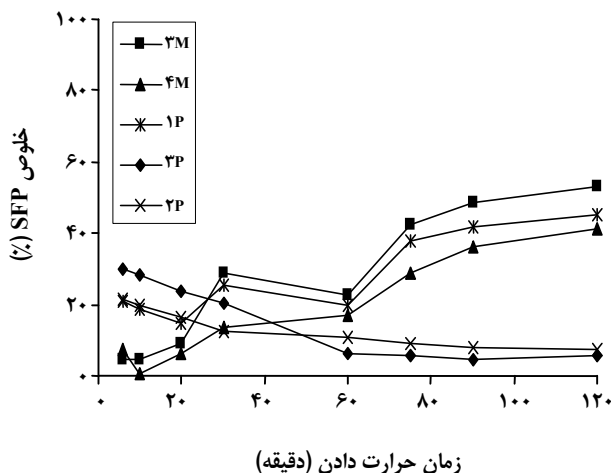
شکل ۴- الگوی XRD نمونه سنتز شده (SFP1).



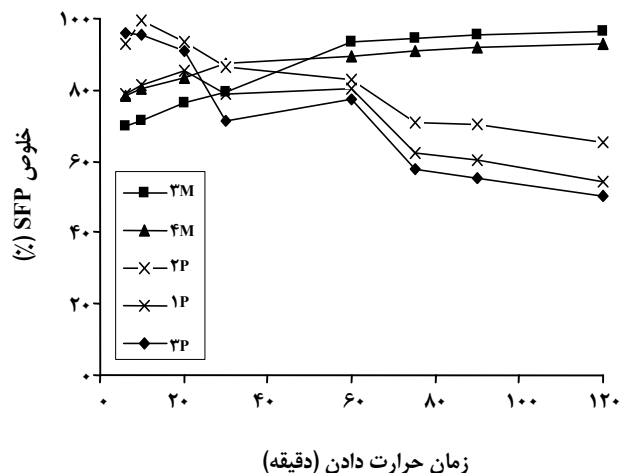
شکل ۵- الگوی XRD نمونه استاندارد وارداتی (SFP2).



شکل ۶- مقایسه الگوهای XRD دو نمونه سنتز شده (SFP1) و استاندارد وارداتی (SFP2).



شکل ۸ - رابطه بین مقدار سدیم پیرو فسفات و مدت زمان حرارت دادن در سیستم NaF - (۳M)، (۴M)، (۳P)، (۲P)، (۱P).



شکل ۷ - رابطه بین خلوص SFP و مدت زمان حرارت دادن در سیستم NaF - P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> - (۱P)، (۲P)، (۳P)، (۳M)، (۴M) (۶۶۰ °C).

تاریخ دریافت: ۱۵/۶/۳۰ ؛ تاریخ پذیرش: ۱۶/۷/۲

## مراجع

- [1] Suresh, B. S., Padma, D. K., A Study on the Reaction of Silicon Tetra Halides with Phosphorus Pentoxide and of Alkali Metal Fluorosilicates with Phosphorus Pentoxide and Sulfur Trioxide, *J. Fluorine Chem.*, **24**(4), 399 (1984).
- [2] Lange, W., Uber die monofluorphosphorsaure und die ahnlichkeit ihrer salze mit den sulfaten, *Chem. Ber.*, **62**, 793 (1929).
- [3] Lange, W., Livingston, R., Studies of Fluoro Phosphoric Acids and Their Derivatives, XIII: Preparation of Anhydrous Monofluorphosphoric Acid, *J. Am.Chem.Soc.*, **69**, 1073 (1947).
- [4] Nakaso, Y., U.S. Patent 4 374 108(1983).
- [5] Carl, O U.S. Patent 2 481 807 (1947).
- [6] Chemische Werke, A., Bri. Patent 1 186 674 (1970).
- [7] Lowe, E.J., Brit. Patent 1 544 197 (1993).
- [8] Fomina Golina, E., S.U. Patent 1 786 000 (1993).
- [9] Qixian, J., Qiulin, Z., Mingxin, L., CN Patent 1548366 (2004).
- [10] Singh, E.B., Sinha, P.C., UV Spectra of Some Monofluorophosphates, *J. Indian Chem. Soc.*, **47** (50), 491-2 (1970).
- [11] Corbridge, D.E.C., Lowe, E.J., The Infrared Spectra of Some Inorganic Phosphorus Compounds, II. Some Salts of Phosphorus Oxy-Acids, *J. Chem. Soc.*, 4555 (1954).
- [12] Pustinger, J.V., Cave, W.T., Nielsen, M.L., Infrared Spectra of Inorganic Phosphorus Compounds, *Spect. Chim. Acta*, **15**, 909 (1959).
- [13] Gutowsky, H.S., Mccall, D.W., Slichter, C.P., Nuclear Magnetic Resonance Multiplets in Liquids, *J. Chem. Phys.*, **21**, 279 (1953).

- [14] Prescott, H.A., Troyanov, S.I., Kemnitz, E., The Synthesis and Crystal Structures of Two New Hydrated Sodium Monofluorophosphate, *J. Solid State Chem.*, **156**, 415 (2001).
- [15] Esmail, E.I., Nicholls, C.J., Urch, D.S., X-ray Emission Spectrum of Light Element Detection by Using Statellite Peaks, *Analyst*, **98** (171), 725 (1973).
- [16] United States Pharmacopeia, (USP 29), **2**, 1985-86 (2006).