|  |  |
| --- | --- |
| **دی اکسید نیتروژن** | **nitrogen dioxide** |
| **فرمول شیمیایی**: NO2**وزن مولکولی**: 01/46 | **CAS** : 10102-44-0**RTECS** : QW9800000 |
| **اسامی مترادف**: پراکسید نیتروژن؛ تتراکسید نیتروژن |
| **ویژگی ها**: گاز؛ چگالی بخار 83/2 (هوا=1) ؛ نقطه جوش ˚c 7/151 - ؛ نقطه ذوب ˚c 2/11 - |
| **حدمجاز**: **NIOSH**: 1 ppm C **ACGIH**: 1 ppm STEL **OSHA**: 3 ppm TWA, 5 ppm STEL 1 ppm NO2 = 1.882 mg/m3 @ NTP  |
| **احتیاطات ویژه**: اسیدهای غلیظ برای پوست و غشای مخاطی خورنده هستند. با این ترکیبات صرفا در زیر هود کار کنید. |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. تری اتانول آمین (TEA)، خلوص آزمایشگاهی
2. N- بوتانول، خلوص آزمایشگاهی
3. اسید فسفریک (H3PO4) غلیظ ، خلوص آزمایشگاهی
4. N- (1-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید (NEDA)
5. نیتریت سدیم (NaNO2)
6. محلول جاذب؛ 15 گرم تری اتانول آمین را در 500 میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده سپس 5/0 میلی لیتر n- بوتانول به آن اضافه کرده و به حجم 1 لیتر برسانید.
7. محلول آب اکسیژنه (H2O2) 2/0 % (V/V) ؛ 2/0 میلی لیتر H2O2 30 % را در یک بالن ژوژه 250 میلی لیتری با آب دیونیزه به حجم برسانید.
8. محلول سولفانامید ؛ 10 گرم سولفانامید را در 400 میلی لیتر آب دیونیزه حل کرده، سپس 25 میلی لیتر اسید فسفریک غلیظ به آن اضافه کنید و به حجم 500 میلی لیتر برسانید.
9. محلول NEDA ؛ 5/0 گرم n- (1-نفتل) اتیلن دی آمین دی هیدرو کلراید (NEDA) را در 500 میلی لیتر آب دیونیزه حل کنید.
10. محلول کالیبراسیون مادر، g/mL 100 NO2 ؛ 15 گرم NaNO2 را در 1لیتر آب دیونیزه حل کنید.
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: نمونه گیر شیشه ای سه قسمتی با قطر خارجی mm 7 به همراه درپوش پلاستیکی و نگهدارنده ی پشم شیشه ای که شامل لوله های A ، B و C است.

لوله A: حاوی 400 میلی گرم مولکروسیو با مش 40 – 30 ، پوشش داده شده با تری اتانول آمین (TEA) لوله B: حاوی 800 میلی گرم ماده اکسید کننده کرومات به منظور تبدیل NO به NO2 لوله C: مانند لوله A سه لوله به صورت سری توسط یک لوله انعطاف پذیر به هم متصل شده اند به طوری که لوله C به پمپ وصل می گردد.1. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 025/0 – 2/0 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف.
2. دستگاه اسپکتروفتومتر UV-VIS با طول موج 540 نانومتر به همراه کوت 1 سانتی متری از جنس سیلیکا
3. بشر 100 میلی لیتری
4. بالن ژوژه 50 میلی لیتری
5. پیپت 1، 5 و 10 میلی لیتری و اندازه های مناسب دیگر
6. کرونومتر
 |
| **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. قبل از نمونه برداری دوطرف نمونه بردار را سریعا بشکنید و نمونه بردار را توسط لوله های رابط قابل انعطاف به پمپ نمونه بردار فردی متصل کنید.
3. نمونه برداری را در یک دبی مشخص در گستره %5 ± L/min 025/0 انجام دهید.
4. درپوش نمونه بردار گذاشته و با دقت آن را برای انتقال بسته بندی کنید. به تعداد کافی نمونه شاهد تهیه کنید.
 |
| **آماده سازی**:1. جاذب لوله های A و C را به دو بالن ژوژه 50 میلی لیتری (جداگانه) منتقل کنید و قطعات پشم شیشه و ماده اکسید کننده (لوله B) را دور بیندازید.
2. محلول جاذب را به هر یک از نمونه ها اضافه کرده و به حجم برسانید.
3. درپوش بالن ژوژه را گذاشته و به مدت 30 ثانیه تکان دهید، سپس اجازه دهید جامدات موجود در آن ته نشین شود.
4. 10 میلی لیتر از نمونه استخراج شده را به یک بالن 50 میلی لیتری منتقل کنید.

نکته: آماده کردن شاهد آزمایشگاهی را نیز در این مرحله انجام دهید. 1. mL 1 از محلول پراکسید هیدروژن (H2O2) ، 10 میلی لیتر از محلول سولفانامید و 4/1 میلی لیتر از محلول NEDA را به بالن ژوژه اضافه کرده و پس از افزودن هر کدام از موارد فوق، آنها را مخلوط کنید.
2. برای شکل گیری کامل رنگ، 10 دقیقه صبر کنید.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. روزانه کالیبراسیون را با حداقل 6 استاندارد کاربردی در گستره ی 1 تا 18 میکروگرم یون نیتریت به ازای هر 10 نمونه انجام دهید.
* محلول های استاندارد را به همراه نمونه های اصلی و شاهد آنالیز کنید (مرحله 6-3 آماده سازی و 3-1 اندازه گیری).
* منحنی کالیبراسیون را رسم کنید (میزان جذب در برابر میکروگرم NO2)

توضیح: برای رسم منحنی کالیبراسیون 6 استاندارد کاربردی از محلول استاندارد مادر نیتریت با g/mLµ 100 مورد نیاز است. مقادیر µL 10، µL 30، µL 60، µL 90، µL 120 و µL 150 از استاندارد مادر را در شش بالن ژوژه 25 میلی لیتری ریخته و در یک بالن دیگر استاندارد را اضافه نمی کنیم (نمونه صفر). سپس mL 10 از محلول جاذب را در هر یک از بالن ها ریخته و مخلوط می کنیم و در مرحله بعد mL 1 پراکسید هیدروژن، mL 10 محلول سولفانامید و mL 4/1 محلول NEDA به بالن ها اضافه کرده و سپس آنها را مخلوط کنید و بعد از 10 دقیقه (برای کامل شدن رنگ) با استفاده از دستگاه اسپکتروفوتومتر با طول موج nm 540 قرائت کرده و منحنی کالیبراسیون را رسم کنید. |
| **اندازه گیری**:1. طول موج دستگاه اسپکتروفتومتر را در طول موج nm 540 تنظیم کنید.
2. با محلول شاهد آزمایشگاهی صفر دستگاه را تنظیم کنید.
3. نمونه های آماده شده را به کووت منتقل کرده و میزان جذب را قرائت کنید.
 |
| **مداخله گرها**:هر ترکیبی که با معرف های آزمایشگاهی رنگ سنجی واکنش دهد می تواند ایجاد تداخل نماید.  |
| **محاسبات**:1. نمونه های اصلی شامل بخش های A و C آماده شده را در دستگاه گذاشته و با مقایسه میزان جذب آن با منحنی استاندارد جرم NO2 در هر یک بر حسب میکرو گرم بدست می آید.
2. غلظت NO2 را بر حسب mg/m3 با توجه به حجم هوای نمونه برداری شده محاسبه کنید:

$$C\_{NO\_{2}}= \frac{\left( W\_{A}- - B\_{A} \right)}{0.63V} , mg/m^{3}$$C = غلظت NO2 در هوا (mg/m3) WA = مقدار NO2 در لوله A (µg)BA = مقدار NO2 در لوله A نمونه شاهد (µg) 63/0 = فاکتور تبدیل (تعداد مول های یون نیتریت بوسیله 1 مول دی اکسید نیتروژن تولید می گردد)V = حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر |