|  |  |
| --- | --- |
| **هیدروکسید سدیم** | **sodium hydroxide** |
| **فرمول شیمیایی**: NaOH**وزن مولکولی**: 40 | **CAS** : 1310-73-2**RTECS** : WB490000 |
| **اسامی مترادف**: سود سوزآور |
| **ویژگی ها**: جامد و آئروسل سوزش آور، رطوبت گیر |
| **حدمجاز**: **OSHA**:2 mg/m3 **NIOSH**: 2 mg/m3/15 min C; Group I Pesticide **ACGIH**: 2 mg/m3 C  |
| **احتیاطات ویژه**: محلول های هیدروکسید سدیم دارای اثر خورندگی بر روی بافت بدن هستند. با دقت با آنها کار کنید.  |
| **مواد و محلولهای لازم**: 1. کربنات سدیم، با خلوص استاندارد اولیه
2. محلول استوک اسید هیدروکلریک، 1/0 نرمال ؛ با استاندارد اولیه کربنات سدیم همگون شده است.
3. اسید هیدروکلریک، 01/0 نرمال ؛ 10 میلی لیتر محلول استوک اسید هیدروکلریک 1/0 نرمال را در بالن ژوژه 100 میلی لیتری با آب مقطر به حجم برسانید.
4. آب مقطر دیونیزه، عاری از CO2 ، جوشیده شده و سپس با نیتروژن خنک شده است.
5. نیتروژن فشرده
6. هیدروکسید سدیم 50% (وزنی/حجمی)؛ 50 گرم هیدروکسید سدیم را در آب مقطر عاری از CO2 حل کرده و حجم 100 میلی لیتر برسانید.
7. محلول استوک هیدروکسید سدیم، 1/0 نرمال؛ 8 میلی لیتر هیدروکسید سدیم 50% را با آب مقطر عاری از CO2 به حجم 1 لیتر برسانید.
8. محلول استاندارد کاربردی هیدروکسید سدیم، 01/0 نرمال؛ 10 میلی لیتر محلول استوک هیدروکسید سدیم 1/0 نرمال را با آب مقطر عاری از CO2 به حجم 100 میلی لیتر برسانید
9. محلول بافر استاندارد، با PH 4 و 7
 |
| **وسایل و تجهیزات لازم**: 1. نمونه بردار: فیلتر غشایی PTFE، 37 میلی متری با پور سایز 1 میکرون (Millipore ، Fluoropore یا انواع مشابه)، با پد پشتیبان سلولزی، در هولدر فیلتر کاست.
2. پمپ نمونه برداری فردی با دبی L/min 4 – 1 ، به همراه لوله های رابط قابل انعطاف
3. PH سنج به همراه الکترود PH و ثبت کننده
4. ظرف تیتراسیون؛ بشر یا بالن 150 تا 200 میلی لیتری، به همراه پوششی که دارای دریچه ای برای الکترود PH و همچنین ورودی و خروجی N2 است
5. همزن مغناطیسی
6. میله شیشه ای، با قطر mm 5 و طول cm 10 ، جهت نگه داشتن فیلتر در زیر سطح مایع در ظرف تیتراسیون
7. پیپت 5 و 10 میلی لیتری
8. بالن ژوژه 100 میلی لیتری و 1 لیتری
9. بورت 50 میلی لیتری با درجه بندی 1/0 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 برداری را در یک دبی مشخص بین L/min 4 – 1 برای عبور حجم هوای 70 تا 1000 لیتر انجام دهید. اجازه ندهید بیش از 2 میلی گرم گردوغبار کلی بر روی فیلتر جمع شود.
 |
| **آماده سازی**:1. توسط انبرک فیلتر نمونه را به ظرف تیتراسیون منتقل کنید. توجه کنید که سطح روی فیلتر به سمت پایین باشد.
2. به جهت اینکه در زمان آنالیز فیلتر در زیر سطح مایع قرار گیرد، انتهای میله شیشه ای را بر مرکز فیلتر قرار دهید تا آن را نگه دارد.
3. ظرف تیتراسیون را بپوشانید. mL 5 اسید هیدروکلریک 01/0 نرمال را به ظرف تیتراسیون اضافه کنید. ظرف تیتراسیون را در همزن مغناطیسی قرار داده و پاکسازی توسط N2 (L/min 1/0) را شروع کنید.
4. اجازه دهید ظرف تیتراسیون به مدت 15 دقیقه در همزن بماند.
 |
| **کالیبراسیون و کنترل کیفی**:1. PH سنج را توسط محلول های بافر (با PH مساوی 4 و 7) کالیبره کنید.
2. مقادیری از محلول استوک اسید هیدروکلریک 1/0 نرمال را با کربنات سدیم همگون کنید.
* 3 تا 5 گرم استاندارد اولیه کربنات سدیم به مدت 4 ساعت در دمای ˚C 250 خشک کنید. سپس آن را در دسیکاتور خنک کنید.
* 5/2 گرم کربنات سدیم را در 1 لیتر آب مقطر عاری از CO2 حل کرده و تا کربنات سدیم 05/0 نرمال بدست آید.
* 5 میلی لیتر محلول کربنات سدیم 05/0 نرمال را به ظرف تیتراسیون انتقال دهید و تیتراسیون را شروع کرده و تا رسیدن به PH 5 ادامه دهید.
* الکترودهای PH را خارج کرده و آن را به داخل ظرف تیتراسیون بشوئید. برای حذف CO2 محلول، به مدت 3 تا 5 دقیقه N2 را به محتوی ظرف تیتراسیون وارد کنید.
* تیتراسیون را تا نقطه عطف ادامه دهید.
* نرمالیته محلول استوک اسید هیدروکلریک را از طریق رابطه زیر محاسبه کنید:

$$N\_{HCl}= \frac{\left(شده توزین g Na\_{2}CO\_{3} \right)( تیتراسیون در استفاده مورد mL Na\_{2}CO\_{3} )}{\left(52.99\right)( شده استفاده mL HCl )}$$1. محلول استاندارد کاربردی هیدروکسید سدیم 01/0 نرمال را با محلول همگون اسید هیدروکلریک ، استاندارد (همگون) کنید. این کار بر اساس مرحله 2 کالیبراسیون انجام دهید، با این تفاوت که محلول استوک اسید هیدروکلریک همگون را با محلول کربنات سدیم (Na2CO3) و محلول هیدروکسید سدیم 01/0 نرمال را با محلول اسید هیدروکلریک 1/0 نرمال جایگزین کنید. نرمالیته محلول تیتراسیون هیدروکسید سدیم را از طریق رابطه زیر محاسبه کنید.

$$N\_{NaOH}=\frac{\left(N\_{HCl}\right)(mL HCl used)}{mL NaOH used}$$1. حداقل سه شاهد spike شده را به منظور بررسی میزان بازیافت در گستره مورد نظر برای نمونه های اصلی آماده کنید.
 |
| **اندازه گیری**:1. اسید هیدروکلریک مازاد موجود در نمونه اصلی، شاهد و نمونه های spike شده را با محلول هیدروکسید سدیم استاندارد شده (همگون) تیتراسیون معکوس کنید. همزمان با آن پاکسازی توسط نیتروژن را انجام دهید.
2. همزمان با تیتراسیون، PH سنج را نیز نگاه کنید. نقطه پایانی را تعیین کنید (میلی لیتر هیدروکسید سدیم 01/0 نرمال مورد استفاده).
 |
| **مداخله گرها**: دی اکسید کربن موجود در هوا ممکن است بر روی فیلتر با مواد قلیایی واکنش داده و کربنات ها را شکل دهد، اما به هنگام تیتراسیون تداخل ایجاد نمی کند. کربنات ها می توانند تداخل مثبت ایجاد کنند. ذرات اسیدی می توانند نمونه را خنثی نموده و تداخل منفی داشته باشند.  |
| **محاسبات**:1. غلظت هیدروکسید سدیم در هوا را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$C= \frac{\left(V\_{NaOH-b}- V\_{NaOH-S}\right). N ×40 × 10^{3}}{V}$$*که در این رابطه:* C *= غلظت هیدروکسید سدیم بر حسب* mg/m3VNaOH-b*= حجم هیدروکسید سدیم در تیتراسیون نمونه شاهد برحسب میلی لیتر*VNaOH-s*= حجم هیدروکسید سدیم در تیتراسیون نمونه اصلی برحسب میلی لیتر*N*= نرمالیته محلول تیتراسیون هیدروکسید سدیم* *40 = وزن مولکولی هیدروکسید سدیم*V *= حجم هوای نمونه برداری شده بر حسب لیتر* |