

بسمه تعالی

گزارش کار آنالیزهای مربوط به آب

تهیه و تنظیم: زهرا خالقی

بهار 1400

فهرست:

- 3.....قوانین و مقررات آزمایشگاه و احتیاط های لازم برای ایمنی.....
- 7.....آزمایش شماره یک: اندازه گیری pH نمونه های آب.....
- 12.....آزمایش شماره دو: اندازه گیری EC و TDS نمونه های آب.....
- 15.....آزمایش شماره سه: اندازه گیری کلر آزاد آب آشامیدنی.....
- 20.....آزمایش شماره چهار: اندازه گیری یون کلر در نمونه آب صنعتی.....
- 25.....آزمایش شماره پنج: اندازه گیری کمی هیدرازین نمونه آب.....
- 28.....آزمایش شماره شیش: اندازه گیری فسفات نمونه آب.....
- 31.....آزمایش شماره هفت: اندازه گیری سختی کل نمونه آب.....
- 37.....آزمایش شماره هشت: اندازه گیری سختی کلسیومی نمونه آب.....
- 41.....آزمایش شماره نه: اندازه گیری میزان و نوع قلیائیت نمونه آب.....
- 46.....آزمایش شماره ده: اندازه گیری مقدار سیلیس نمونه آب.....
- 51.....آزمایش شماره یازده: اندازه گیری مقدار آهن نمونه آب.....
- 55.....منابع.....

قوانین و مقررات آزمایشگاه و احتیاط‌های لازم برای ایمنی:

- 1- استفاده از روپوش آزمایشگاهی تمیز، دستکش و ماسک جهت حفظ سلامت کارشناسان الزامی است.
- 2- پس از پایان کار، کلیه وسایل و ظروف استفاده‌شده را تمیز کنید و در جای خود قرار دهید.
- 3- تمامی مواد دور ریختنی و کاغذهای باطله را در زباله‌دان بریزید. هیچگاه کاغذهای صافی یا دستمال کاغذی‌ها را در دستشویی نریزید.
- محلول‌های غیر لازم را در دستشویی بریزید و بلافاصله با آب بشوید، زیرا اسیدها و نمک‌های نقره، خاصیت خورندگی دارند و باعث از بین رفتن لوله‌ها به ویژه لوله‌های سربی می‌شوند.
- 4- شیشه‌های محلول‌های عمومی را که محل معینی دارند همیشه در جای خود بگذارید و از انتقال آنها خودداری کنید.
- 5- هیچگاه مواد شیمیایی استفاده‌شده را به شیشه اصلی باز نگردانید.
- 6- پیت یا قطره چکان خود را به داخل شیشه‌های محلول خالص فرو نبرید.
- 7- هرگز نباید وسایل شیشه‌ای مدرج را حرارت داد و یا هیچ گونه محلولی را در این گونه شیشه‌ها به مدت زیادی نگهداری کرد. ظرف را باید خالی کرد و پس از شستن با آب مقطر، آن را خشک نمود.
- 8- گاهی لازم است که محلول‌ها تا حدی حرارت داده شوند که به جوش بیایند یا حجمشان کم شود در اینصورت باید دقت نمود تا محلول بیرون نپرد و مقداری از نمونه در اثر پخش شدن هدر نرود. ظرف را کاملاً پر نکنید حداکثر دو سوم آن را پر کنید روی ظرف را با شیشه ساعت شاخه‌دار بپوشانید. اگر چنین شیشه ساعتی ندارید، سه گوشه‌هایی (> از میله هم زن) شیشه‌ای درست کنید و روی ظرف بگذارید و روی سه گوشه‌ها شیشه ساعت بگذارید بعد از آنکه به اندازه کافی گرم کردید، بگذارید سرد شود؛ سپس شیشه ساعت و دیواره‌های بشر را با حداقل مقدار ممکن از محلول بشوید تا اطمینان حاصل کنید که ماده‌ای روی شیشه ساعت و یا لبه‌های بشر نمانده است.
- قبل از حرارت دادن محلول‌ها، می‌توان چند دانه مروارید شیشه‌ای یا سنگ پا داخل محلول انداخت. این عمل باعث می‌شود که محلول یکنواخت بجوشد و از بیرون پریدن محلول جلوگیری شود.
- 9- هنگام رقیق کردن اسیدهای غلیظ، به آهستگی و با به هم زدن با میله شیشه‌ای، اسید را داخل آب بریزید و از ریختن آب بر روی اسید خودداری کنید زیرا گرمای تولید شده در این حالت زیاد است و باعث تبخیر ناگهانی آب و پاشیدن اسید به بیرون می‌شود، شکل (1).



شکل 1- احتیاط‌های لازم برای رقیق کردن اسیدها

10- هرگز مواد آزمایشگاه را نجشید، اگر قصد بو کردن ماده‌ای را دارید، از تنفس مستقیم بخار آن خودداری کنید و در فاصله معین، بخار آن را با حرکت دست و به طور ملایم به طرف بینی خود هدایت و استشمام کنید، شکل (2).



شکل 2- روش بو کردن موادی که مجاز به بو کردن آنها هستیم

11- تمام مواد شیمیایی دارای برچسب مشخصات هستند، قبل از جابه‌جا کردن یا استفاده، دقیقاً روی ظرف را بخوانید. اگر ماده شیمیایی اشتباه مصرف شود ممکن است در یک لحظه حوادث غیرقابل پیشگیری و یا صدمات غیرقابل درمان پیش آورد.

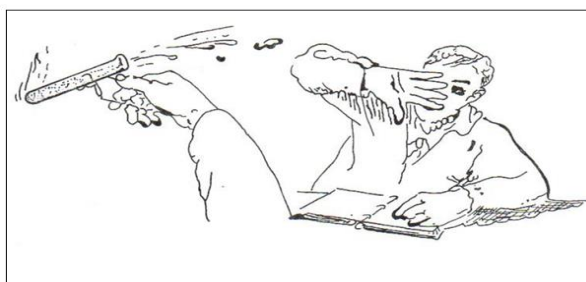
12- مواد مورد نیاز که با غلظت‌های مختلف می‌سازید با برچسب مخصوص که دارای تاریخ و غلظت است مشخص کنید.

13- آزمایش‌هایی که مواد، بخارها و یا گازهای سمی تولید می‌کنند باید در زیر هود انجام گیرند. این عمل باعث جلوگیری از پخش گاز و سموم در آزمایشگاه می‌شود.

14- محلول‌های فرار (آمونیاک)، محلول‌های آتشگیر (استون، کینولین) و ترکیبات سمی را زیر هود جابجا کنید.

15- بیشتر حلال‌های آلی مانند الکل، استن و مخصوصاً اتر شدیداً آتشگیر هستند؛ آنها را از نزدیکی شعله دور کنید.

16- هیچگاه ظرف محتوی محلول داغ را به طرف خود یا دیگران نگیرید، شکل (3).



شکل 3- هرگز ظرف محتوی محلول داغ را به سمت کسی نگیرید

17- هنگام کار با پی پت از پوآر استفاده کنید و از مکیدن محلول با دهان خودداری کنید زیرا بیشتر محلول‌های آزمایشگاهی سمی هستند.

18- هیچگاه وسایل پلاستیکی را حرارت ندهید.

19- هیچگاه وسایل شیشه‌ای شکسته و ترک خورده را استفاده نکنید، زیرا امکان دارد در طول آزمایش بطور کامل بشکند و آزمایش از دست شما خارج شود.

20- از تکیه دادن به بنچ‌ها خودداری کنید.

21- ورود هر نوع بخار شیمیایی به چشم می‌تواند موجب آسیب جبران ناپذیری شود، از این رو استفاده از عینک مخصوص محافظ چشم در آزمایش‌هایی که احتمال خطر وجود دارد ضروری است.

22- محل جعبه کمک‌های اولیه، کپسول آتش‌نشانی، پتوی ضد آتش، شیر آتش‌نشانی و دوش آب را بخاطر بسپارید و طریقه استفاده از آنها را یاد بگیرید.

23- اگر آتش سوزی ایجاد گردد :

الف- در صورت امکان جسمی را که در حال سوختن است از محل حریق دور نمایید .

ب- شیرهای گاز را ببندید.

ج- دو شاخه دستگاه‌های برقی را از پریز خارج کنید.

د- جسمی را که در حال سوختن است با شن یا پتوی خیس بپوشانید.

ه- در صورتیکه چهار عمل بالا مؤثر واقع نشد از کپسول های آتش نشان استفاده نمایید.

24- اگر لباس کسی آتش گرفت :

الف- به سرعت او را از منطقه حریق دور کنید و با پاشیدن آب به خاموش نمودن آتش لباس‌های وی مبادرت بورزید.

ب- در صورت امکان، بدون اتلاف وقت او را روی زمین بخوابانید، با پتوی خیس بپوشانید و روی زمین بغلطانید.

ج- همیشه در نظر داشته‌باشید که بعضی از ماده‌ها مانند CaH_2 ، NaH ، Li ، K و Na با افزودن آب مشتعلتر خواهند شد.

25- هرگاه سوختگی حاصل گردد :

الف- اگر سوختگی در اثر آتش سوزی باشد، قسمت آسیب دیده را با پارچه ای که به محلول پرمنگنات آغشته است بپوشانید واز داروهای ضدسوختگی برای معالجه آن استفاده کنید.

ب- اگر سوختگی در اثر اسیدها باشد محل سوختگی را زیر شیر آب با جریان قوی قراردهید، سپس با محلول کربنات سدیم 3٪ بشوئید و سرانجام با داروهای ضد سوختگی بپوشانید .

ج- اگر سوختگی مربوط به ترکیبات سوزآور یا بازها باشد، محل سوختگی را در زیر شیر آب با جریان قوی قرار دهید سپس با محلول 1٪ اسید استیک یا محلول اسید بوریک (H_3BO_3) بشوئید، در خاتمه با داروهای ضد سوختگی بپوشانید.

د- اگر سوختگی در اثر برم باشد، محل آسیب دیده را با الکل یا گلیسرین زیاد شستشو دهید و پنبه آغشته به الکل یا گلیسرین را بر روی زخم قرار دهید.

ه- اگر سوختگی در اثر تماس با فنل باشد، محل سوختگی را با الکل بشوئید، سپس پماد سوختگی بمالید.

و- اگر سوختگی در اثر تماس دست با جسم داغ باشد، نخست چند دقیقه آن را در محلول بی کربنات سدیم اشباع بگذارید و سپس با اکسید روی و یا پماد سوختگی چرب کنید.

ر- اگر سوختگی در اثر مایعات جوش باشد و منجر به تاول زدن شود نخست آن را با اسید پیکریک ($\text{C}_6\text{H}_2(\text{NO}_2)_3\text{OH}$) بشوئید و پس پماد سوختگی بمالید.

آزمایش شماره یک: اندازه گیری pH نمونه های آب

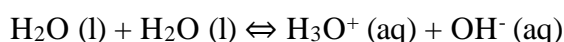
هدف:

بررسی pH آب در نقاط مختلف سیستم و اطمینان از قرارگیری pH در محدوده ایمن برای تجهیزات

تئوری:

pH یا power Hydrogen میزان غلظت یون هیدروژن در محلول را نشان میدهد.

آب همواره به مقدار کم و بصورت برگشت پذیر یونش می یابد:



$$K_w = [\text{H}^+][\text{OH}^-] = 10^{-14} \text{ (mol/lit)}^2$$

با توجه به این معادله غلظت یون H^+ با غلظت یون OH^- رابطه عکس دارد و با افزایش غلظت یکی، غلظت دیگری کاهش می یابد.

$$\text{pH} = -\log[\text{H}_3\text{O}^+] \Rightarrow [\text{H}_3\text{O}^+] = 10^{-\text{pH}}$$

$$\text{pOH} = -\log[\text{OH}^-] \Rightarrow [\text{OH}^-] = 10^{-\text{pOH}}$$

$$\text{pH} + \text{pOH} = 14$$

لذا با توجه به معادله ثابت سرعت یونش آب داریم:

pH آب خالص در دمای 25 درجه سانتی گراد، 7 است.

pH آب با افزایش دما، افزایش می یابد چرا که K_w به دما وابسته است.

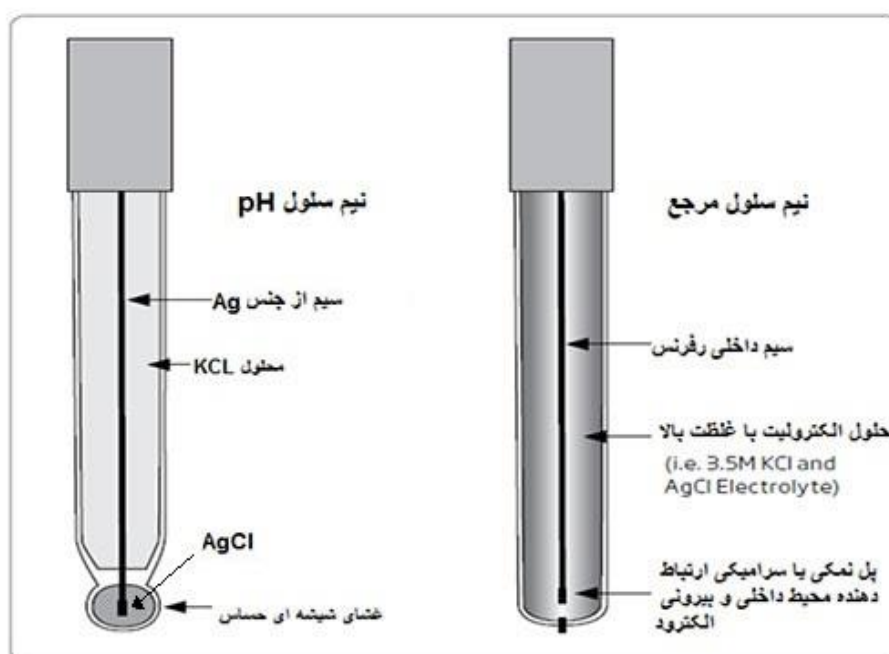
در pH=4 حدود 5ppm یون هیدروژن در آب است که حدود 1ppm آن مربوط به اسیدکربنیک است. با هر واحد واحد کاهش pH، این غلظت ده برابر می شود.

در دمای اتاق اگر pH آب کمتر از 7 باشد آن را اسیدی در نظر میگیریم و اگر بیشتر از 7 باشد آن را بازی در نظر میگیریم.

کنترل pH، رمز موفقیت بسیاری از فرآیندهای تصفیه آب و فاضلاب است.

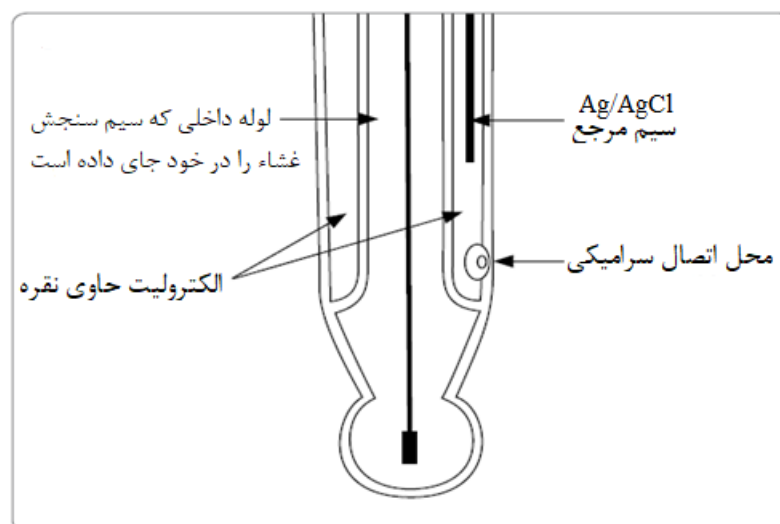
جهت اندازه‌گیری pH محلول عموماً از الکتروود شیشه یا الکتروود غشاء شیشه‌ای (Glass Electrode) استفاده می‌شود. این نوع از الکتروود از انواع الکتروود شناساگر غشایی است. در ساختار این الکتروودها، جهت جداسازی محلول درون الکتروود و محلول نمونه از غشاء جداکننده استفاده می‌شود و از اختلاف پتانسیل ایجاد شده در دو طرف غشاء جهت شناسایی بهره می‌گیرند.

الکتروود pH یک نیم‌سلول (یا نیمه) از یک سلول الکتروشیمیایی است که از غشاء شیشه‌ای خاصی تشکیل شده است و به غلظت یون‌های هیدروژن حساس است (در واقع فعالیت یون‌های هیدروژن را اندازه می‌گیرد). نیمه سلول دیگر، الکتروود شیمیایی است که می‌تواند ولتاژ ثابت و پایداری را ارائه دهد و کاملاً مستقل از مقدار pH محلول است. همانطور که می‌دانید اختلاف پتانسیل یک نقطه باید نسبت به اختلاف پتانسیل یک نقطه دیگر که پتانسیل مرجع یا رفرنس نامیده می‌شود اندازه‌گیری شود. در الکتروودهای pH میزان ولتاژ تولید شده به وسیله سنسور pH (که به غلظت یون‌های هیدروژن بستگی دارد) نسبت به ولتاژ الکتروود مرجع سنجیده می‌شود، که حاصل آن پتانسیل سلول الکتروشیمیایی است و با pH محلول متناسب است، شکل (4).



شکل 4- الکتروود مرجع و الکتروود pH بصورت جداگانه

نیم‌سل pH یا همان الکتروود شیشه خود دارای مرجع درونی Ag/AgCl است. نیم‌سل مرجع، الکتروود SCE (Saturated Calomel Electrode) / الکتروود کالومل اشباع است. اما امروزه رایج‌تر است که از یک الکتروود ترکیبی که هر دو الکتروود را در خود جای داده است استفاده شود، شکل (5).

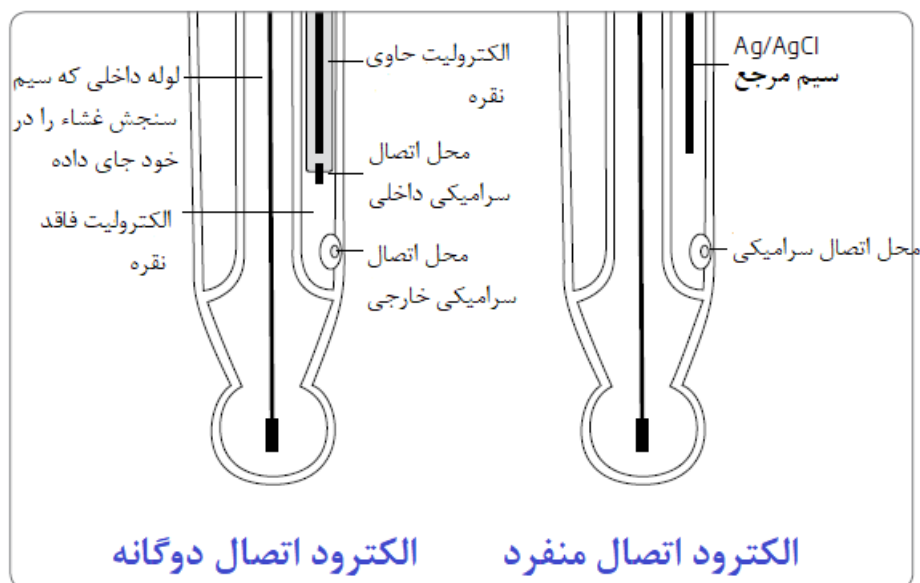


شکل 5- الکترودهای مرجع و pH بصورت ترکیبی

الکترودهایی که در گذشته مورد استفاده قرار می گرفتند معمولاً دارای اتصال منفرد یا Single Junction بودند. این الکترودها فقط از یک نقطه با محلول مورد آزمایش و یا نمونه ارتباط دارند که بر اثر عواملی مانند: فشار بالا، دمای بالا و محلول های با خاصیت بالای اسیدی و یا بازی (شرایط معکوس)، محلول نمونه به محفظه سلول مرجع وارد شده و باعث آلوده شدن الکتروده مرجع و خرابی آن خواهد شد. مشکل دیگر در الکترودها گرفتگی احتمالی محل ارتباط به علت ته نشینی AgCl درون الکتروده مرجع است.

لذا امروزه از الکترودهای با اتصال دوگانه هانا یا Double Junction استفاده می شود. همان طور که از نام آن برمی آید، دو بسط دارد، که تنها یکی از آنها در تماس با نمونه است، در شرایط معکوس، همان ورود محلول نمونه به الکتروده، از آنجایی که سیستم الکتروده مرجع به صورت فیزیکی از قسمت میانی جدا شده است و در تماس با مستقیم با نمونه نیست، میزان آلودگی انتقال یافته بدینوسیله به شدت کاهش می یابد. از طرف دیگر احتمال گرفتگی محل اتصال در این الکترودها نیز کمتر می شود، چرا که محلول قرار گرفته در محفظه میانی فاقد AgCl می باشند و در نتیجه بعلت عدم وجود AgCl در این قسمت ته نشینی این ترکیب نیز مشاهده نخواهد گردید. محلول درون الکترودهای با اتصال منفرد شامل: $KCl + AgCl\ 3.5M$ هستند، در حالی که الکترودهای با اتصال مضاعف معمولاً شامل $KCl\ 3.5M$ می شود، شکل (6).

توجه: الکتروده شیشه در pH های خیلی بالا (به دلیل جایگزینی یون قلیایی به جای H^+ در سطح شیشه)، خطای قلیایی و در pH های خیلی پایین، خطای اسیدی دارد.



شکل 6- الکترودهای اتصال منفرد و اتصال دوگانه

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر

وسایل لازم: دستگاه pH متر، بشر 50ml، کاغذ pH متر

ابتدا سر الکترود را یکبار با آب مقطر و بعد با محلول نمونه می‌شوئیم. بعد یک بشر تمیز را با محلول نمونه کر داده و آن را از محلول نمونه پر می‌کنیم. سر الکترود را داخل محلول نمونه می‌گذاریم و دکمه Read الکترود را می‌زنیم. pH گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم.

توجه :

1- دقت داشته باشید که حسگر الکترود بطور کامل با محلول پوشانده شده و در تماس با کف یا کناره‌های ظرف نباشد.

2- جهت ممانعت از آسیب رسیدن به دستگاه pH متر، برای نمونه‌های مربوط به واحد 710 و 720 را که فلوئور بالا دارند و به الکترود آسیب می‌زنند از کاغذ pH متر استفاده می‌کنیم.

3- برای pH های پایین‌تر از 2، از کاغذ pH متر استفاده کنید، زیرا بازه کاری دستگاه شامل pH دو تا دوازده است.

روش استفاده از کاغذ pH:

با استفاده از همزن شیشه ای یک قطره از محلول نمونه را بر روی تکه کوچکی از کاغذ قرارداده و رنگ آن را با رنگ های مرجع مقایسه میکنم.

کالیبره کردن pH متر:

ابتدا دستگاه را روشن کرده، کلید مثلث را می زنیم بعد گزینه کالیبره (دکمه آبی رنگ) را انتخاب کرده و الکتروود را به ترتیب در محلول های استاندارد سه pH خواسته شده (4,7,10) قرار می دهیم، گزینه Read را انتخاب میکنیم و منتظر می شویم تا دستگاه pH موردنظر را بخواند. در انتها گزینه ذخیره را انتخاب می کنیم.

آزمایش شماره دو: اندازه گیری EC و TDS نمونه های آب

هدف:

بررسی EC و TDS آب در نقاط مختلف سیستم و اطمینان از قرارگیری شاخص های املاح محلول آب در محدوده ایمن برای تجهیزات

تئوری:

مهمترین شاخص های آب عبارتند از

1- شاخص های املاح محلول آب : EC, TDS, pH, P, M, TH

2- شاخص های مواد معلق آب : TSS, FTU, NTU, JTU, CU

3- شاخص های آلودگی های آب : TOC, COD, BOD

4- شاخص های بهداشتی بودن آب : E.coliform

TSS/کل مواد جامد معلق

ذرات جامد غیر محلول در آب از نظر ابعاد می توانند بسیار کوچکتر از میکرون (ذرات کلوئیدی) و یا بزرگتر از میکرون باشند.

اگر آب را از یک فیلتر ریز عبور دهیم، مواد جامد محلول و نیز مواد کلوئیدی از فیلتر عبور نمی کنند و آنچه روی فیلتر باقی می ماند، همان مواد جامد معلق نمونه است که به آن SS (Suspended Solid) می گویند.

FTU, NTU, JTU

شاخص های کدورت یا کدریت، شامل مواد ریز کلوئیدی

یک خاصیت فیزیکی نمونه که باعث می شود نور تابیده شده به نمونه متفرق یا جذب شود ولی عبور نکند. برای اندازه گیری آن به منبع نور و دستگاهی جهت اندازه گیری نور متفرق شده نیاز داریم.

رنگ نمونه آب معمولاً به علت حضور یون‌های فلزی، مواد گیاهی و اجزاء خاک می‌باشد.

TDS (Total Dissolved Solids) /کل مواد جامد محلول

غلظت املاح آب یا به عبارتی غلظت همهی یون‌های آب را گزارش می‌کند.

EC (Electrical Conductivity) /هدایت الکتریکی

هدایت الکتریکی یا کانداکتیویته معرف قدرت یونی یک محلول در انتقال جریان برق است. از آنجا که در محلول‌ها یون‌ها جریان برق را انتقال می‌دهند EC با TDS رابطه دارد.

رابطه‌ی EC و TDS برای نمونه‌های مختلف آب فرق می‌کند و به غلظت و نوع ناخالصی‌های موجود در آب بستگی دارد. در محلول‌های رقیق ارتباط بین این دو پارامتر به صورت زیر است

$$TDS = 1/2 EC$$

اما در محلول‌های غلیظ این رابطه برقرار نیست چراکه وقتی که غلظت ناخالصی‌ها زیاد می‌شود یون‌ها روی حرکت یکدیگر اثر منفی می‌گذارند و هدایت الکتریکی محلول دیگر با تعداد یون‌ها متناسب نیست.

در شرایط یکسان با افزایش EC، سرعت خوردگی افزایش یافته و درجه یونیزاسیون نمک‌های آب کاهش می‌یابد.

ضریب هدایت الکتریکی یک محلول بسیار وابسته به دما است. هدایت الکتریکی آب خالص در دمای 25 درجه سانتی‌گراد $0.056 \mu S/cm$ است.

EC مترهای متداول آزمایشگاهی از روش یک پتانسیل سنج به همراه ۴ الکترود استفاده می‌کنند. اغلب اوقات الکترودها استوانه‌ای هستند و به صورت متحدالمرکز منظم شده‌اند. این الکترودها معمولاً از فلز پلاتین ساخته شده‌اند. جریانی به جفت خارجی الکترودها وارد می‌شود. پتانسیل بین جفت داخلی اندازه‌گیری می‌شود. هدایت الکتریکی را می‌توان با استفاده از فاصله‌ی بین الکترودها و منطقه‌ی سطحی آنها با استفاده از قانون اهم ($V/I=R$) در EC متر اندازه‌گیری کرد ولی به طور کلی، برای دقت بیشتر، از یک روش کالیبراسیون با استفاده از الکترولیت‌های دارای ضریب هدایت شناخته شده استفاده می‌شود.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر

وسایل لازم: دستگاه EC متر، بشر 50ml

ابتدا سر الکتروود را یکبار با آب مقطر و بعد با محلول نمونه می‌شوئیم. بعد یک بشر تمیز را با محلول نمونه کر داده و آن را از محلول نمونه پر می‌کنیم. سر الکتروود را داخل محلول نمونه می‌گذاریم و دکمه Read الکتروود را می‌زنیم. EC و TDS گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم. توجه داشته باشید که حسگر الکتروود بطور کامل با محلول پوشانده شده و در تماس با کف یا کناره‌های ظرف نباشد.

کالیبره کردن EC متر:

انتخاب محلول استاندارد برای کالیبره کردن:

الکتروود دستگاه را درون محلول استاندارد $84\mu\text{S}/\text{cm}$ قرار داده و دکمه Mode را فشار دهید تا وارد قسمت تنظیمات شوید، بعد دکمه Read را فشار داده تا میزان دمایی و واحد آن را تایید کنید. سپس با استفاده از دکمه‌های up و down محلول استاندارد موردنظر (شامل محلول‌های استاندارد $10\mu\text{S}/\text{cm}$ ، $84\mu\text{S}/\text{cm}$ ، $1413\mu\text{S}/\text{cm}$ و $12.88\text{mS}/\text{cm}$) را انتخاب کنید. دکمه Exit را فشار داده و از قسمت تنظیمات خارج می‌شویم.

انجام کالیبراسیون:

الکتروود را درون محلول استاندارد انتخاب شده قرار می‌دهیم و دکمه Cal را فشار می‌دهیم. پس از پایدار شدن سیگنال (نتیجه روی صفحه نمایشگر ثابت می‌شود) کالیبراسیون به اتمام رسیده است.

آزمایش شماره سه: اندازه‌گیری کلر آزاد (Cl_2) آب آشامیدنی

هدف:

اندازه‌گیری فاکتور کلر آزاد در نمونه آب که قرارگیری آن در رنج صحیح برای تصفیه آب آشامیدنی بسیار اهمیت دارد

تئوری:

فرق کلر آزاد و کلر باقیمانده:

در فرآیند تصفیه آب، شاهد آن هستیم که پس از کلرزنی به آب برای تصفیه آن و گندزدایی، میزان کلر در شرایط مختلف مورد بررسی قرار گرفته و میزان آن اندازه‌گیری می‌شود تا در صورت زیاد و یا کم بودن کلر، متوجه آن شوند. در آب شاهد دو نوع کلر هستیم که نوع اول آن کلر آزاد یا در دسترس است. دسته دوم کلر موجود در آب شامل کل کلر آب بوده و به آن کلر توتال گفته می‌شود به صورت کلی می‌توان به این نکته اشاره کرد که کلر آزاد باقی مانده و کلر باقی مانده با یکدیگر متفاوت بوده و هر دو آن‌ها روش‌های اندازه‌گیری منحصر به فردی دارند.

پس از آن که میزان کلر آزاد و کلر توتال اندازه‌گیری شد، تفاوت بین این دو عدد نمایانگر میزان کلرامین موجود در آب خواهد بود. کلرامین در واقع میزان کلر غیر قابل مشاهده است که در ضد عفونی کننده‌ها نقشی ایفا نمی‌کند و به آن کلر طبیعی گفته می‌شود.

مهمترین گازهایی که در آب ممکن است وجود داشته باشد عبارتند از: دی اکسید کربن، کلر، اکسیژن، آمونیاک و هیدروژن سولفور. دسته‌ای از گازها چون اکسیژن و نیتروژن همواره بصورت گاز در آب هستند، در حالی که دسته دیگر چون دی اکسید کربن و کلر هم می‌توانند بصورت گازی باشند و هم در اثر یونیزاسیون بصورت یون درآیند که بستگی به عواملی چون pH آب دارد.

کلر به طور طبیعی در آب نیست ولی معمولاً در فرآیند کلرزنی به آب تزریق می‌شود. علاوه بر اینکه قرارگیری آن در رنج صحیح برای تصفیه آب آشامیدنی بسیار اهمیت دارد با توجه به قدرت اکسیدکنندگی شدید کلر، وجود آن باعث صدمه زدن به غشاء و رزین‌های یونی می‌شود.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، 10ml سولفات منگنز ($MnSO_4$)، 10ml ارتوتولوئیدین

وسایل لازم: دو عدد بشر 150ml، استوانه مدرج 100ml، دستگاه اسپکتروفتومتریک

محلول 1: با استفاده از استوانه مدرج 100ml از نمونه را درون یک بشر تمیز ریخته اول 5ml سولفات منگنز و بعد 5ml معرف ارتوتولوئیدین به آن اضافه می‌کنیم (محلول زرد رنگ می‌شود). 10 دقیقه به محلول استراحت می‌دهیم.

محلول 2: با استفاده از استوانه مدرج 100ml شاهد (آب دمین) را درون یک بشر تمیز ریخته اول 5ml سولفات منگنز و بعد 5ml معرف ارتوتولوئیدین به آن اضافه می‌کنیم (محلول زرد رنگ می‌شود). 10 دقیقه به محلول استراحت می‌دهیم.

دستگاه را (چند دقیقه قبل از انجام آنالیز) روشن می‌کنیم. از منوی user program گزینه‌ی 2 chlorine را انتخاب کرده دکمه start را می‌زنیم. سل یک سانتی‌متری را اول با آب مقطر شستشو داده و بعد با محلول 2، دو مرتبه کر می‌دهیم. سل را از محلول 2 پر می‌کنیم. سل را با دستمال مخصوص خشک و تمیز می‌کنیم بعد درون جایگاه مخصوص‌اش قرار می‌دهیم (توجه داشته باشید روی وجه‌های شفاف سل دست نگذارید و قبل از قرار دادن سل در دستگاه آنها را تمیز کنید که سبب اختلال در عبور نور نشده و خطا ایجاد نکند)، سل را به گونه‌ای در دستگاه قرار دهید که دو وجه شفاف در راستای عبور نور/روبروی روزنه باشد. دکمه zero را فشار می‌دهیم. حالا سل را برداشته خالی می‌کنیم و با محلول 1، دو مرتبه کر داده و از محلول 1 پر می‌کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می‌دهیم. پس از اتمام کار حتما سل را با آب مقطر شسته و دستگاه را خاموش کنید. عدد گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم.

دستگاه‌وری:

دستگاه طیف سنج مرئی-فرابنفش دستگاهی برای سنجش کیفی و کمی یک ماده بر اساس اندازه‌گیری میزان نور جذب شده توسط یک محلول رنگی ست که با بهره‌گیری از قانون بیر-لامبرت کار می‌کند.

اغلب ماده مورد آنالیز در اسپکتروفتومتر بصورت مایع می‌باشند. تابش نور در دستگاه اسپکتروفتومتر مرئی با استفاده از لامپ تنگستن و در دستگاه UV با لامپ دوتریم انجام می‌گیرد.

به طور کلی میزان نور جذب شده در یک ماده در حالت مایع، بستگی مستقیم با غلظت آن ماده در مایع دارد.

در صورتیکه نمونه آنالیز جامد باشد ابتدا باید در یک حلال شفاف حل شود تا قابل اندازه‌گیری باشد. حلال نمونه (معروف به شاهد) معمولاً بدون جذب در نظر گرفته می‌شود (در واقع جذب جزئی آن از جذب کلی (نمونه همراه با حلال) کم می‌شود). نمونه به همراه حلال معمولاً در یک ظرف شفاف شیشه‌ای و یا در یک ظرف از جنس کوارتز ریخته شده و در مقابل نور عبوری دستگاه اسپکتروفتومتر قرار می‌گیرد. این ظرف سل/Cell و یا کوت/Quvette نام دارد. البته با استفاده از افزونه‌هایی بر روی دستگاه طیف سنج می‌توان نمونه‌های جامد و یا گاز را هم آنالیز نمود. بعد از عبور نور از داخل محلول نمونه، نور باقیمانده وارد یک آشکارساز شده و پس از پردازش کامپیوتری بصورت یک عدد در نمایشگر ظاهر می‌شود.

محاسبات جذب یا عبور نور از قانون بیر-لامبرت پیروی می‌کند. به این صورت که اگر نوری خطی و تک طول موج با شدت I_0 از محیطی با طول X و غلظت C بگذرد، شدت نور پس از گذشت از این محیط I باشد پس:

$$\log(I_0/I) = KCX$$

در این رابطه K ثابت نسبی (ضریب جذب) است.

بخش‌های طیف سنج مرئی-ماورا بنفش : منبع نور، منشور یا آینه گریٹینگ، مونوکروماتور، آشکار ساز، دتکتور، پردازشگر

طیف سنج‌ها دو نوع تک پرتویی Single beam و دو پرتویی Double Beam هستند. در سیستم تک پرتویی نور جذب شده بعد از گذاشتن از نمونه را با نور اصلی قبل از گذاشتن از نمونه مقایسه می‌کند. از محاسن این سیستم سادگی، کوچکی و ارزانی آن است و از معایب آن خطای جزئی بدلیل عدم ثبات محیط اندازه‌گیری می‌باشد. اما سیستم دو پرتویی دارای دو پرتو تابیده شده است که همزمان یکی به سمت آشکار ساز می‌رود و دیگری از داخل نمونه می‌گذرد و اختلاف بین این دو محاسبه می‌شود. از محاسن این سیستم دقت بیشتر در مقایسه با سیستم تک پرتویی است و از معایب آن پیچیده بودن و قیمت گران‌تر است.

آماده سازی‌ها:

تهیه معرف ارتوتولوئیدین:

روش اول) 1g پودر ارتوتولوئیدین دی هیدرو کلراید دو آبه را در مقداری آب مقطر حل کرده و با افزودن 65ml اسید کلریدریک حجم را به 1L می‌رسانیم.

روش دوم) 1.34g پودر ارتوتولوئیدین دی هیدرو کلراید دو آبه را در مقداری آب مقطر حل کرده و با افزودن 65ml اسید کلریدریک غلیظ حجم را به 1L می‌رسانیم.

توجه: پودر ارتوتولوئیدین سمی و سرفه‌آور است. حتما زیر هود استفاده شود.

نمونه برداری از آب های آشامیدنی:

در حالت کلی می توان گفت، نمونه گیری از آب های آشامیدنی موجود در لوله های آب آسان تر از سایر منابع آب انجام میشود. برای انجام این کار ابتدا شیر آب باید چند دقیقه باز باشد و سپس ظرف را از آب پر کنید.

آزمایش شماره چهار: اندازه گیری کلر (Cl^-) نمونه آب صنعتی

هدف:

بررسی کمی و کیفی یون کلر در نمونه آب صنعتی با استفاده تیتراسیون و به کمک روش مور

تئوری:

روش های تیتراسیون رسوبی را به سه دسته کلی تیتراسیون به روش ولهارد، تیتراسیون به روش مور و تیتراسیون به روش فاجانس می توان تقسیم بندی کرد که در ادامه به آن ها خواهیم پرداخت.

تیتراسیون به روش ولهارد

این روش شامل تیتراسیون برمید، یدید و کلرید در محیطی اسیدی است. زمانی که یون های کلرید با محلول اضافی از نقره نیترات واکنش می دهند، به نقره کلرید تبدیل می شوند. مقدار نقره نیترات اضافی نیز در مقابل محلول پتاسیم تیوسیانات تخمین زده می شود. زمانیکه تیوسیانات، تمامی نقره را مصرف کند، مقدار تیوسیانات اضافی را با یک معرف وارد واکنش می کنند. به هنگام واکنش با معرف فریک آمونیوم سولفات با فرمول $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2$ ، کمپلکس فروس تیوسیانات تشکیل می شود.

تیتراسیون به روش فاجانس

این روش از واکنش بین رسوب تشکیل شده توسط معرف دی کلروفلورسئین ($\text{Dichlorofluoroscein}$) بهره می گیرد که به عنوان یک آنیون در محلول عمل می کند. در محلول کلرید، به دلیل وجود مقادیر اضافی از یون کلرید، لایه ای اصلی از رسوب تشکیل می شود. لایه دوم، از طریق کاتیون های سدیم ایجاد خواهد شد. پایان واکنش، همراه با یون نقره به صورت اضافی خواهد بود.

بنابراین، یون مثبت نقره، لایه اصلی خواهد بود که معرف را برای تشکیل لایه رسوب دوم، جذب می کند. رنگ معرف نیز بیانگر پایان واکنش خواهد بود.

تیتراسیون به روش مور

در تیتراسیون به روش مور می توانیم غلظت یون کلرید در محلول را به کمک تیتراژ کردن با نقره نیترات مشخص کنیم. زمانیکه به آرامی، نقره نیترات را به محلول اضافه کنیم، رسوبی از نقره کلرید، تشکیل می شود. در به نقطه

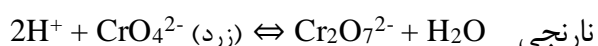
پایانی تیتراسیون تمامی یون‌های کلرید، رسوب کرده و یون‌های نقره اضافی با یون‌های کرومات (پتاسیم کرومات/ CrO_4^{2-}) معرف واکنش و رسوب قرمز-قهوه‌ای، نقره کرومات را تشکیل می‌دهند.

(رسوب سفید) $\text{Cl}^- + \text{Ag}^+ \rightarrow \text{AgCl}$ قبل از نقطه پایانی

(رسوب قرمز آجری) $\text{Ag}^+ + \text{CrO}_4^{2-} \rightarrow \text{Ag}_2\text{CrO}_4$ بعد از نقطه پایانی

نکته بسیار مهم در رابطه با روش مور این است که pH محلول خنثی باشد:

اگر محلول به شدت اسیدی باشد



در نتیجه رسوب Ag_2CrO_4 تشکیل نمی‌شود.

اگر محلول به شدت بازی باشد



رسوب Ag_2O سیاه رنگ است و با رنگ زرد کرومات سبز لجنی می‌شود که تشخیص رنگ را مشکل کرده و ایجاد خطا می‌کند.

روش کار:

مواد لازم: معرف فنل فتالئین 0.5%، سولفوریک اسید 0.02N، معرف پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) 10%، نیتрат نقره (AgNO_3) 0.02N، آمونیاک یا سود سوزآور

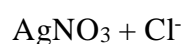
وسایل لازم: دو عدد ارلن 100ml، دو عدد قطره چکان، دو عدد بورت، استوانه مدرج 100ml

با استفاده از استوانه مدرج 50ml از نمونه را درون ارلن ریخته و به آن حدود 5 قطره معرف فنل فتالین^۲ اضافه می‌کنیم^۳، اگر رنگ محلول به صورتی تغییر کرد به آن سولفوریک اسید 0.02N اضافه می‌کنیم تا وقتی که محلول بی رنگ شود.^۴ به محلول خنثی حدود 7 قطره معرف پتاسیم کرومات 10% می‌افزاییم و با AgNO_3 تیترو می‌کنیم. در انتها محلول باید به رنگ نارنجی متمایل به قرمز/ قرمز آجری باشد.

نکته مهم: اگر pH محلول نمونه اسیدی باشد بجای اسید سولفوریک از آمونیاک یا سود سوزآور استفاده می‌کنیم.

محاسبات:

$$50 \text{ (حجم نمونه)} \times 35000 \times 0.016 \text{ (نرمالیتۀ } \text{AgNO}_3) \times \text{حجم مصرف شده از } \text{AgNO}_3 \text{ (V}_{\text{AgNO}_3})$$

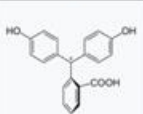
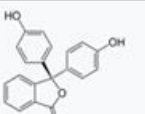
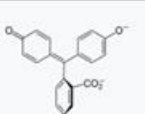
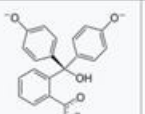
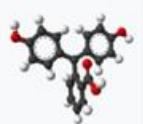
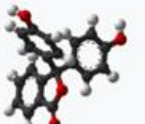
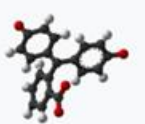
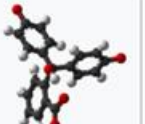




$$N_1 V_1 = N_2 V_2$$

$$? \text{ (g) Cl}^- = V_{\text{AgNO}_3} \text{ (ml)} \times 1 \text{ (L)/1000 (ml)} \times 0.016 \text{ eq}_{\text{AgNO}_3} / 1 \text{ L}_{\text{AgNO}_3} \times 1 \text{ eq}_{\text{Cl}^-} / 1 \text{ eq}_{\text{AgNO}_3}$$

$$\times 35 \text{ gCl}^- / 1 \text{ eqCl}^-$$

¹ در مورد معرف ها مقدار دقیق مهم نیست، چرا که فقط برای تعیین pH بکار می‌روند و تاثیری بر نتیجه نهایی آنالیز ندارند. همچنین افزایش تعداد قطره‌ها سبب تغییر رنگ نمی‌شود.

گونه	$^+\text{H}_3\text{In}$	H_2In	$^-\text{In}^2$	$^-\text{In}(\text{OH})^3$
ساختار				
مدل				
pH	0 >	0-8.2	8.2-12.0	13.0 <
شرایط	شدیداً اسیدی	اسیدی و نزدیک به خنثی	بازی	شدیداً بازی
رنگ	نارنجی	بی‌رنگ	صورتی مایل به ارغوانی	بی‌رنگ
تصویر				

²

³ اگر pH بازی باشد، صورتی می‌شود.

⁴ با استفاده از اسید pH محیط را کاهش می‌دهیم، در واقع با توجه به معرف مورد استفاده سعی داریم pH را روی 8.3 تنظیم کنیم. (مطابق با استاندارد ایران)

$$10^6 \text{ (ml) نمونه} \times \text{Cl}^- \text{ (g) / V (ppm) Cl}^- ?$$

آماده سازی ها:

تهیه معرف فنل فتالین 0.5% ⁵:

50g گرم پودر فنل فتالین را در 500ml الکل اتیلیک حل کرده و حجم محلول را با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.

تهیه سولفوریک اسید 0.02N:

جهت ساختن 1L محلول اسید سولفوریک با نرمالیه دلخواه از رابطه زیر استفاده می کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

$$N = \text{نرمالیه موردنظر}$$

$$E = 49 = \text{اکی والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیتیه اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می رسانیم.

به وسیله محلول استاندارد Na_2CO_3 یا NaOH تعیین فاکتور می شود:

از آنجا که نرمالیه محلول استاندارد مشخص است، پس با برداشتن حجم مشخصی از آن و تیترا کردن محلول استاندارد بوسیله نقره نترات طبق رابطه $N_1V_1 = N_2V_2$ می توان نرمالیه محلول نقره نترات را مشخص کرد.

تهیه معرف پتاسیم کرومات (K_2CrO_4) 10% ⁶:

100g کرومات پتاسیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و pH محلول را با افزودن اسید سولفوریک یا اسید کرومیک به 8 می رسانیم، سپس محلول را به حجم 1L می رسانیم.

تهیه نیترا نقره (AgNO_3) 0.02N:

⁵ این نوع از تهیه محلول براساس نسبت های وزنی حجمی (g/ml) است.

⁶ این نوع از تهیه محلول براساس نسبت های وزنی حجمی (g/ml) است.

نیترات نقره را در دمای 105 سانتی گراد خشک کرده، 3.398g از آن را در مقداری آب مقطر حل می کنیم و درون بالن 1L به حجم می رسانیم. (با توجه به حساس بودن به نور در ظرف تیره نگهداری شود. این محلول را حداکثر 3 ماه می توان نگهداری کرد.)

به وسیله محلول استاندارد $\text{Cl}^- (\text{NaCl})$ تعیین فاکتور می شود:

از آنجا که نرمالیتة محلول استاندارد مشخص است، پس با برداشتن حجم مشخصی از آن و تیترا کردن محلول استاندارد بوسیله نقره نترات طبق رابطه $N_1V_1=N_2V_2$ می توان نرمالیتة محلول نقره نترات را مشخص کرد.

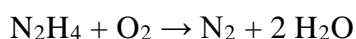
آزمایش شماره پنج: اندازه‌گیری کمی هیدرازین نمونه آب

هدف:

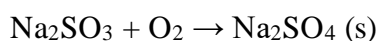
بررسی کیفی و کمی هیدرازین در نمونه آب صنعتی با استفاده روش رنگ‌سنجی و به کمک دستگاه طیف‌سنج مرئی-فرابنفش

تئوری:

در صنعت از هیدرازین بعنوان یک اکسیژن زدای موثر استفاده می‌شود که در واکنش با اکسیژن تولید ازت و آب می‌نماید.

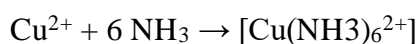


برای اکسیژن زدائی می‌توان از سولفیت سدیم (Na_2SO_3) نیز استفاده کرد ولی مزیت هیدرازین بر سولفیت سدیم این است که اولاً هیدرازین املاحی به آب بویلر اضافه نمی‌کند ولی سولفیت سدیم بر املاح آب می‌افزاید:



دوما هیدرازین نه تنها خورنده فلزات آهنی نیست بلکه نقش محافظ دارد.

اما باید توجه داشت که هیدرازین عمل نکرده یا باقیمانده می‌تواند تجزیه شده و تولید آمونیاک کند. آمونیاک حاصل از هیدرازین به مس و آلیاژهای مسی حمله کرده و باعث خوردگی می‌گردد.



برای جلوگیری از خوردگی در کندانسورهای مسی و اجتناب از غلظت زیاد آمونیاک در بخار باید هیدرازین باقیمانده در آب بویلرها در حد 0.1ppm یا کمتر باشد.

روش‌های اندازه‌گیری غلظت هیدرازین:

روش یدومتری که معمولاً برای تعیین خلوص هیدرازین استفاده می‌شود و روش رنگ‌سنجی با پارادی متیل آمینو بنزن آلدئید

پارادی متیل آمینو بنز آلدئید در محیط اسیدی با هیدرازین عمل نموده و تولید رنگ زرد میکند. شدت رنگ ایجاد شده متناسب با غلظت هیدرازین نمونه است، دستگاه طیف سنج مرئی-فرابنفش جذب را خوانده و با توجه به منحنی استاندارد، هیدرازین نمونه را تعیین می کنند. لذا اگر نمونه رنگی باشد در روش رنگ سنجی ایجاد مزاحمت می کند و رنگ ایجاد شده با پارادی متیل آمینو بنز آلدئید را می پوشاند.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، معرف هیدرازین

وسایل لازم: دو عدد بشر 50ml، استوانه مدرج 25ml، پیپت 10ml، پوآر، بالن 50ml، کاغذ صافی، ارلن، قیف شیشه‌ای، دستگاه طیف سنج مرئی-فرابنفش

محلول 1: با استفاده از استوانه مدرج 25ml شاهد (آب مقطر) داخل بشر می ریزیم و 20ml معرف هیدرازین به آن اضافه می کنیم. 15 دقیقه به محلول استراحت می دهیم.

محلول 2: با استفاده از استوانه مدرج 25ml نمونه داخل بشر می ریزیم و 20ml معرف هیدرازین به آن اضافه می کنیم. 10 دقیقه به محلول استراحت می دهیم.

دستگاه را (چند دقیقه قبل از انجام آنالیز) روشن می کنیم. از منوی user program گزینه ی N_2H_4 را انتخاب کرده دکمه start را می زنیم. سل یک اینچی را اول با آب مقطر شستشو داده و بعد با محلول 1، دو مرتبه کر می دهیم. سل را از محلول 1 پر می کنیم. سل را با دستمال مخصوص خشک و تمیز می کنیم بعد درون جایگاه مخصوص اش قرار می دهیم (توجه داشته باشید روی وجه های شفاف سل دست نگذارید و قبل از قرار دادن سل در دستگاه آنها را تمیز کنید که سبب اختلال در عبور نور نشده و خطا ایجاد نکند)، سل را به گونه ای در دستگاه قرار دهید که دو وجه شفاف در راستای عبور نور / روبروی روزنه باشد. دکمه zero را فشار می دهیم. حالا سل را برداشته خالی می کنیم و با محلول 2، دو مرتبه کر داده و از محلول 2 پر می کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می دهیم.⁷ پس از اتمام کار حتما سل را با آب مقطر شسته و دستگاه را خاموش کنید. عدد گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می کنیم.

نکته مهم: اگر دستگاه هشدار Over rang بدهد یعنی غلظت محلول بالاست و دستگاه قادر به شناسایی کمی نیست. لذا باید محلول را رقیق کنیم.

با استفاده از پیپت 10ml از محلول نمونه را به یک بالن 50ml منتقل کرده و بالن را به حجم می رسانیم بعد سل را با محلول، کر داده و از محلول پر می کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می دهیم. عدد

⁷ از شروع آزمایش تا اتمام آن حداکثر 100 دقیقه وقت دارید.

گزارش شده توسط دستگاه را قبل از ثبت در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری در 5 ضرب می‌کنیم. چرا که این محلول نسبت به نمونه اصلی 5 برابر رقیق شده است.

توجه داشته باشید، اگر نمونه آب رنگی است مثل آب بویلر 13 تنی باید قبل از شروع آنالیز آن را (با دو لایه کاغذ صافی 41) صاف می‌کنیم، که نمونه تا آخرین حد ممکن شفاف شده و مزاحمت رنگی به حداقل برسد.

نمونه‌های رنگی در روش رنگ سنجی ایجاد مزاحمت می‌کند، چرا که رنگ زمینه‌ای و ناخالصی‌های محلول سبب کاهش شدت نور اولیه شده و مقدار هیدرازین بیشتر از مقدار واقعی تشخیص داده می‌شود.

نکته: قبل از شروع آزمایش به ظرف حاوی نمونه استاندارد (به ازای هر 100ml نمونه 1ml HCL اضافه می‌کنیم).⁸

دستگاه‌وری:

به صفحه 16 مراجعه کنید.

آماده سازی‌ها:

تهیه معرف هیدرازین:

4g از پودر دی متیل آمینو بنزالدئید را در 200ml متانول محتوی 20ml اسیدکلریدریک غلیظ حل می‌نماییم.

⁸ این عمل برای تثبیت هیدرازین نمونه است.

آزمایش شماره شیش: اندازه گیری فسفات نمونه آب

هدف:

بررسی کیفی و کمی یون فسفات در نمونه آب صنعتی با استفاده طیف سنج مرئی-فرابنفش

تئوری:

تنها ترکیبات معدنی فسفر، فسفات ها و فرم مولکولی بدون آب آنها می باشد که تحت عنوان پلی فسفات ها در بعضی منابع آب بعنوان وسیله ای برای کنترل خوردگی بکار می روند. همچنین در آب های سبک جهت پایدار کردن کربنات کلسیم مورد استفاده قرار می گیرد.

با تعیین غلظت ارتوفسفات (PO_4^{3-} ، HPO_4^{2-} و H_2PO_4^-) از روش های وزنی، حجمی و یا رنگ سنجی می توان استفاده کرد. روش وزنی در مواردی بکار می رود که مقدار زیادی فسفر وجود داشته باشد، و روش رنگ سنجی برای غلظت ای بسیار پایین کاربردی تر است.

در این روش با جوشاندن پلی فسفات ها در حضور اسید سولفوریک به مدت حداقل 90 دقیقه آنها را به اورتوفسفات (PO_4) تبدیل می کنیم و یون فسفات در محیط اسیدی با مولیبدات آمونیوم تشکیل کمپلکس آمونیوم فسفو مولیبدات می دهد.



روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، اسید سولفوریک 2N، آمونیوم پروکسی سولفات

وسایل لازم: دو عدد بشر 50ml، استوانه مدرج 25ml، پیپت، پوآر، بالن 50ml، کاغذ صافی، ارلن، قیف شیشه ای، دستگاه طیف سنج مرئی-فرابنفش

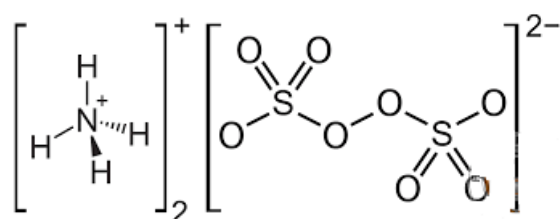
محلول 1: با استفاده از استوانه مدرج 25ml شاهد (آب مقطر) داخل بشر می‌ریزیم. به محلول 2ml اسید سولفوریک 2N و 0.5gL آمونیوم پروکسی^۹ سولفات اضافه می‌کنیم. محلول را با هیتر و زیر هود حرارت می‌دهیم تا زمانی که حجم محلول نصف شود. به محلول کمی زمان می‌دهیم تا سرد شود بعد 500ml معرف فسفات آب اضافه می‌کنیم. چند دقیقه به محلول استراحت می‌دهیم.

محلول 2: با استفاده از استوانه مدرج 25ml نمونه داخل بشر می‌ریزیم. به محلول 2ml اسید سولفوریک 2N و 0.5g آمونیوم پروکسی سولفات اضافه می‌کنیم. محلول را با هیتر و زیر هود حرارت می‌دهیم تا زمانی که حجم محلول نصف شود. به محلول کمی زمان می‌دهیم تا سرد شود بعد 500ml معرف فسفات آب اضافه می‌کنیم. چند دقیقه به محلول استراحت می‌دهیم. نمونه را به حجم 50ml می‌رسانیم.

دستگاه را (چند دقیقه قبل از انجام آنالیز) روشن می‌کنیم. از منوی user program گزینه PO₄ 1cm را انتخاب کرده دکمه start را می‌زنیم. سل یک اینچی را اول با آب مقطر شستشو داده و بعد با محلول 1، دو مرتبه کر می‌دهیم. سل را از محلول 1 پر می‌کنیم. سل را با دستمال مخصوص خشک و تمیز می‌کنیم بعد درون جایگاه مخصوص اش قرار می‌دهیم (توجه داشته باشید روی وجه‌های شفاف سل دست نگذارید و قبل از قرار دادن سل در دستگاه آنها را تمیز کنید که سبب اختلال در عبور نور نشده و خطا ایجاد نکند)، سل را به گونه‌ای در دستگاه قرار دهید که دو وجه شفاف در راستای عبور نور/ روبروی روزنه باشد. دکمه zero را فشار می‌دهیم. حالا سل را برداشته خالی می‌کنیم و با محلول 2، دو مرتبه کر داده و از محلول 2 پر می‌کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می‌دهیم. پس از اتمام کار حتما سل را با آب مقطر شسته و دستگاه را خاموش کنید. عدد گزارش شده توسط دستگاه را دو برابر کرده (چون غلظت محلول نصف شده است) و در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم.

نکته مهم: اگر دستگاه هشدار Under rang بدهد یعنی غلظت محلول پایین است و دستگاه قادر به شناسایی کمی نیست. لذا باید از سل 5cm برای اندازه گیری غلظت فسفات نمونه استفاده کنیم.

توجه داشته باشید، اگر نمونه آب رنگی است مثل آب بویلر 13تنی باید قبل از شروع آنالیز آن را (با دو لایه کاغذ صافی 41) صاف می‌کنیم، که نمونه تا آخرین حد ممکن شفاف شده و مزاحمت رنگی به حداقل برسد.



نمونه‌های رنگی در روش رنگ سنجی ایجاد مزاحمت می‌کند، چرا که رنگ زمینه‌ای و ناخالصی‌های محلول سبب کاهش شدت نور اولیه شده و مقدار هیدرازین بیشتر از مقدار واقعی تشخیص داده می‌شود.

دستگاه‌وری:

به صفحه 16 مراجعه کنید.

آماده سازی‌ها:

تهیه سولفوریک اسید 0.02N:

جهت ساختن 1L محلول اسید سولفوریک با نرمالیت دلخواه از رابطه زیر استفاده می‌کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

حجم اسید غلظ

$$N = \text{نرمالیت موردنظر}$$

$$E = 49 = \text{اکی‌والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیتته اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می‌رسانیم.

آزمایش شماره هفت: اندازه گیری سختی کل نمونه آب

هدف:

بررسی سختی کل نمونه آب صنعتی از طریق اندازه گیری غلظت یون های کلسیم و منیزیم با روش تیتراسیون

تئوری:

سختی آب (water hardness) یکی از مهم ترین فاکتورها در صنعت تصفیه آب می باشد که بخاطر وجود املاح معدنی و یون های کلسیم، منیزیم، آلومینیوم، روی و سایر فلزات سنگین در آب ایجاد می گردد.

آب سخت یا hard water به آب هایی گفته میشود که مقدار مواد معدنی، نمک ها و فلزات سنگین در آنها به دلایل مختلف از قبیل عبور آب از روی بسترهای سنگی بیش از حد مطلوب می باشد. بسیاری از املاح افزایش دهنده درجه سختی بر اثر حرارت رسوب کرده و روی لوله و دیواره های تجهیزات صنعتی و لوازم خانگی انباشته خواهند شد.

از مهم ترین فاکتورهایی که در صنعت تصفیه آب در نظر گرفته می شود، اندازه گیری درجه سختی می باشد که بر همین اساس در نهایت راهکارهای متعددی برای کاهش آن ارائه می گردد.

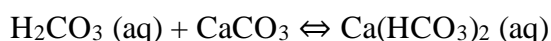
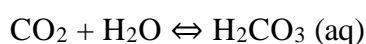
انواع سختی آب:

1- سختی موقت (سختی بی کربناتی)

نوعی از سختی آب که مربوط به حضور کلسیم و منیزیم هیدروژن کربنات در آب است و با حرارت دهی به راحتی از بین می رود.



این نوع از سختی که حاصل عبور آب حاوی CO_2 از سنگ های آهکی ست

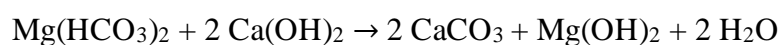
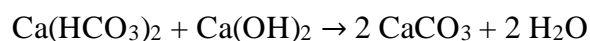


می تواند در زمان یا محل نامناسب بدلیل افزایش دما، تولید رسوب کربنات کلسیم و نیز گاز دی اکسید کربن

نماید که وجود این گاز خود باعث می شود کنترل pH محیط، مشکل شود.



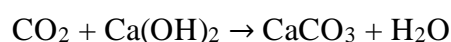
برای کاهش سختی موقت از آهک استفاده می شود. آهک با بی کربنات ترکیب شده تولید کربنات کلسیم و هیدروکسید منیزیم می کند که تقریباً غیر محلول اند.



چون Ca^{2+} هم از خود آب و هم از آهک تامین می شود، دیده می شود به ازای هر اکی والان بی کربنات دو اکی والان رسوب کربنات تشکیل می شود.

برای حذف هر مول سختی کلسیمی یک مول آب آهک و برای حذف هر مول سختی منیزیمی دو مول آب آهک نیاز است.

در فرآیند آهک زنی باید از مقدار اضافی آهک استفاده کنیم به صورتی که مطمئن شویم همه ی دی اکسید کربن موجود در آب خنثی شده است.



(اگر مقدار CO_2 بیشتر از 20ppm باشد در ابتدا با دمیدن هوا، مقدار آن را کاهش می دهیم و سپس باقیمانده آن را با آب آهک حذف می کنیم).

2- سختی دائم (سختی غیر کربناتی)

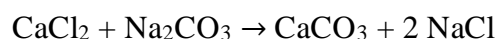
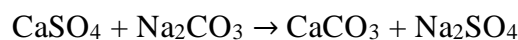
این نوع سختی را به این خاطر دائم می گویند که، افزایش دمای آب منجر به ته نشین شدن نمک های غیر کربناتی نخواهد شد حاصل نمک کلراید، سولفات یا نیترات کلسیم و منیزیم است.

سولفات کلسیم و منیزیم منجر به ایجاد رسوب در لوله های آبگرمکن، تاسیسات مولد نیرو و لوله های آب خانگی می گردد

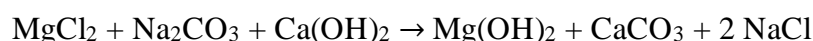
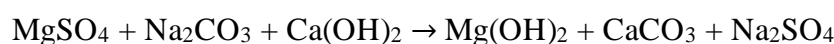
کلریدهای کلسیم و منیزیم محلول در آب باعث خوردگی دیوارهای دیگ بخار و لوله های انتقال آب میشود.

آهک زنی در مورد سختی های غیر کربناتی جواب نمی دهد.

برای سختی های کلسیومی از نمکی استفاده می کنیم که یون کربنات را به محیط وارد کند. می توان از سودا یا همان کربنات سدیم (Na_2CO_3) استفاده کرد.



و برای سختی‌های منیزیمی باید بصورتی عمل کنیم که به هیدروکسید منیزیم برسیم که نامحلول است؛ لذا باید در کنار کربنات سدیم، یون هیدروکسیل (OH^-) هم وارد محیط شود که هر ماده قلیایی مثل Ca(OH)_2 یا NaOH می‌تواند این عمل را انجام دهد.



واکنش‌های آهک‌زنی، صد در صد کامل نیستند و از این رو همیشه پس از آهک‌زنی هنوز هم مقداری از سختی باقی می‌ماند. سختی باقیمانده را می‌توان با روش‌های مختلف کاهش داد، مثلاً اگر مقدار اضافی آهک و سودا استفاده شود به علت ایجاد اثر یون مشترک حلالیت کربنات کلسیم و هیدروکسید منیزیم کاهش خواهد یافت. بدلیل وجود یون‌های مختلف و نیز مزاحمت کربنات کلسیم کلونیدی در ته‌نشینی رسوبات و عوامل دیگر، اطلاعات مربوط به حلالیت کربنات کلسیم در شیمی تجزیه، کاربرد چندانی ندارد و در تصفیه آب از اطلاعات تجربی استفاده می‌کنند.

3- سختی کلسیومی

4- سختی منیزیومی

5- سختی کل (مجموع غلظت یون‌های کلسیم و منیزیم)

لازم به ذکر است که اگر میزان قلیایی بودن کل آب بیشتر از سختی کل باشد، می‌توان نتیجه گرفت که سختی آب کربناتی است.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، بافر 10^{-1} pH=10، معرف اریوکروم‌بلکتی، EDTA 0.02N

وسایل لازم: استوانه مدرج 50ml، ارلن 100ml، قطره چکان، بورت

¹⁰ بافر یا تامپون محلولی است از یک باز ضعیف و نمکش یا یک اسید ضعیف و نمکش و تا حد زیادی در مقابل تغییر pH از خود مقاومت نشان می‌دهد (بهتر اسید/باز و نمکش هم مولار باشند. با افزایش مولاریته این دو ظرفیت بافری افزایش می‌یابد.) و اگر مقدار قابل ملاحظه‌ای از یک اسید یا باز به سیستم اضافه کنیم تغییر pH جزئی است.

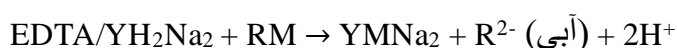
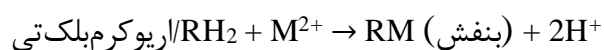
بسیاری از واکنش‌های شیمیایی نسبت به تغییر pH حساس اند و این حساسیت باعث می‌شود که راندمان و حتی نوع محصولات تغییر کند.

با استوانه مدرج 50ml از نمونه را داخل ارلن می‌ریزیم و حدود 8 قطره بافر با pH=10 به آن اضافه می‌کنیم. بعد به آن اندکی معرف اریوکروم‌بلک‌تی^{۱۱} اضافه می‌کنیم (دقت کنید که مقدار معرف زیاد نشود، که در تشخیص تغییر رنگ خطا نداشته باشید)^{۱۲} و با EDTA 0.02N^{۱۳} تیتراً می‌کنیم^{۱۴}.

برای کاهش خطا بایستی آخرین قطره EDTA باید به فاصله 3 تا 5 ثانیه اضافه شود. همچنین می‌توان با گرم کردن محلول اولیه نمونه تا دمای 60 درجه سانتی‌گراد از کند شدن واکنش در نزدیکی نقطه اکی‌والان اجتناب کرد.

محاسبات:

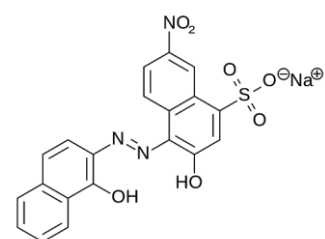
$$(\text{حجم نمونه}) \times 0.02 (N_{\text{EDTA}}) \times 50000 / 50 \times (\text{مصرف شده EDTA}) (V)$$



$$?(g) \text{M}^{2+} = V_{\text{EDTA}} (\text{ml}) \times 0.02 (\text{eq/l}) \times 1 (\text{l}) / 1000 (\text{ml}) \times 1 (\text{eq M}^{2+}) / 1 (\text{eq EDTA}) \times (g \text{M}^{2+}) / 2 (\text{eq M}^{2+})$$

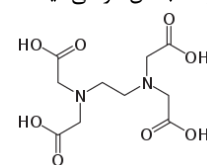
$$?(ppm) \text{M}^{2+} = (g \text{M}^{2+}) / 50 (\text{ml}) \times 1000 (\text{ml}) / 1 (\text{l}) \times 1000 (\text{mg}) / 1 (\text{g})$$

$$^{15} \text{غلظت کربنات کلسیومی یون کلسیم و منیزیم} = ?(ppm) \text{M}^{2+} \times 100 (g \text{CaCO}_3) / (g \text{M}^{2+})$$



معرف یون فلزی است و با کاتیون‌های فلزی تشکیل کمپلکسی پایدار می‌دهد.

^{۱۲} به رنگ بنفش در می‌آید.



لیگاند 6 دندانه‌ای است که صرف نظر از بار کاتیون‌ها با آنها به نسبت 1:1 تشکیل کمپلکس می‌دهد. بهترین

لیگاند برای تیتراسیون‌های کمپلکس‌متری است. معمولاً از نمک دی‌سدیم آن استفاده می‌شود. تریلیون نام دارد و با کاتیون‌های دو ظرفیتی ترکیب می‌شود.

^{۱۴} تیتراسیون باید در مدت کمتر از 5 دقیقه بعد از اضافه کردن بافر انجام شود.

^{۱۵} مراجعه شود به صفحه 38

مزاحمت‌ها:

سایر یون‌های فلزی محلول، کدر بودن آب

آماده سازی‌ها:

تهیه محلول 0.02N EDTA:

جهت ساختن 1L محلول EDTA با نرمالیت دلخواه از رابطه زیر استفاده می‌کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

$$N = \text{نرمالیت مورد نظر}$$

$$E = \text{اکی‌والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیته اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می‌رسانیم.

تعیین فاکتور:

1) به 20ml آب دمین حدود 8 قطره بافر تامپون pH=10 اضافه کرده بعد آریوکروم‌بلک‌تی اضافه کرده با EDTA تیترو می‌کنیم. ← شاهد^{۱۶}

2) با استفاده از پیپت 20ml، 0.02F ZnO برداشته و حدود 8 قطره بافر تامپون pH=10 اضافه کرده بعد آریوکروم‌بلک‌تی اضافه کرده با EDTA تیترو می‌کنیم. ← این مرحله حداقل سه مرتبه تکرار می‌شود
با استفاده از حجم‌های حاصل شده و به کمک رابطه $N_1 V_1 = N_2 V_2$ نرمالیت‌ها را محاسبه کرده و میانگین می‌گیریم.

تهیه آریوکروم‌بلک‌تی:

1g پودر آریوکروم‌بلک‌تی را با 99g شکر یا نمک طعام خالص مخلوط کرده آسیاب می‌کنیم.

¹⁶ شاهد دو کاربرد دارد. اولاً برای مقایسه رنگ استفاده می‌شود دوماً ممکن است آب مقطر استفاده شده برای محلول سازی دقیقاً pH هفت نداشته باشد که در آن صورت حجم تیتران مصرفی برای شاهد را از حجم تیتران مصرفی برای نمونه کم می‌کنیم.

تهیه بافر pH=10:

67.25g آمونیوم کلراید (NH_4Cl) را در 570ml آمونیوم هایدروکسید غلیظ حل کرده به آن 5g $\text{Na}_2\text{Mg-EDTA}$ اضافه کرده و با افزودن آب مقطر به حجم 1L می‌رسانیم.

آزمایش شماره هشت: اندازه گیری سختی کلسیومی نمونه آب

هدف:

اندازه‌گیری غلظت یون کلسیم در نمونه آب با روش تیتراسیون و به کمک معرف فروکساید

تئوری:

سختی کلسیمی قسمت عمده‌ای از سختی آب را تشکیل می‌دهند و به دو صورت دائم و موقت است. برای از بین بردن سختی کلسیمی و جلوگیری از خوردگی و آسیب به تاسیسات از آب آهک استفاده می‌شود. باریم، استرانیوم، آلومینیم، سرب، قلع، روی، منگنز و آهن اگر به مقدار کافی در آب وجود داشته باشند می‌توانند بر روی نتایج آزمایش تأثیر بگذارند.

آنالیزهای آب را به دو صورت گزارش میکنند:

1- برحسب جرم یون (مثلاً بصورت مولار)

2- برحسب اکسی‌والان از یون (مثلاً بصورت نرمال)

چون در فرآیندهای تصفیه آب با واکنش‌های شیمیایی سر و کار داریم، ترجیح می‌دهیم که غلظت‌ها را برحسب اکسی‌والان بیان کنیم، اما این غلظت‌ها را برحسب اکسی‌والان معمولاً اعداد کوچکی می‌شوند که اغلب اعشاری‌اند. برای حل این مشکل غلظت اکسی‌والان را در عدد 50 (جرم اکسی‌والانی کربنات کلسیم نصف جرم مولی آن است) ضرب می‌کنیم. محاسن این روش به شرح زیر است:

1- غلظت‌ها عدد نسبتاً بزرگی می‌شود.

2- هرچند غلظت معادل کربنات کلسیمی دارای واحد جرم است ولی در عین حال متناسب با اکسی‌والان است پس همانگونه که یک اکسی‌والان از یک آنیون با یک اکسی‌والان از یک کاتیون واکنش

می‌دهد، در غلظت کربنات کلسیمی هر ppm از یک آنیون با یک ppm از یک کاتیون واکنش می‌دهد.

3- غلظت یون‌های مختلف برحسب معادل کربنات کلسیومی جمع‌پذیر اند (کاری که برای گزارش سختی کل می‌کنیم)

4- پیش بینی آنالیز آب پس از هر مرحله تصفیه

5- اگر غلظت یون های آب بر حسب معتدل کربنات کلسیومی باشد، همواره مجموع کاتیون ها و آنیون ها مساوی اند.

اما در گزارش آنالیز آب، معمولاً آهن، سیلیکا، منگنز و دی اکسید کربن را بصورت معادل کربنات کلسیمی گزارش نمی کنند. چون این مواد معمولاً در آب بصورت یونی نیستند.

روش کار:

مواد لازم: سود 2N، معرف مورکساید، EDTA 0.02N

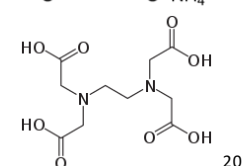
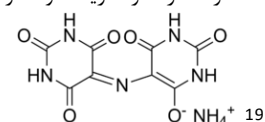
وسایل لازم: ارلن 100ml، استوانه مدرج 50ml، بورت

با استوانه مدرج 50ml از نمونه را به ارلن انتقال می دهیم. حدود 7^{17} قطره سود 2N و بعد حداقل مقدار 18 ممکن معرف مورکساید 19 که محلول را به رنگ صورتی درآورد اضافه می کنیم (اگر تغییر رنگ نداشته باشیم، نمونه سختی کلسیمی ندارد). حالا با EDTA 0.2N²⁰ تیتراً می کنیم²¹.

محاسبات:

¹⁷ برای اندازه گیری کلسیم آب، بهترین روش استفاده از روش تیتراسیون با EDTA می باشد چرا که نسبت سایر روش ها دقت بالاتری را دارد. جهت تشکیل چنین کمپلکسی برای تعیین کلسیم، pH محیط باید قلیایی باشد که با افزودن بافر آمونیاکی این امر تحقق می یابد. در چنین محیط قلیایی با استفاده از اندیکاتور/ معرف فلز قلیایی مناسب می توان مقدار آن فلز را تعیین نمود. همانطور که می دانیم فلز مس نیز با EDTA تشکیل کمپلکس می دهد و در نتیجه می تواند در اندازه گیری کلسیم ایجاد مزاحمت نماید، لذا جهت رفع این مزاحمت از سود استفاده می شود. زیرا سود، کمپلکس پایدارتری با مس تشکیل می دهد و در نتیجه مانع از ایجاد مزاحمت مس در اندازه گیری کلسیم می گردد.

¹⁸ اگر مقدار معرف زیاد شود، در تشخیص تغییر رنگ خطا ایجاد می شود.



لیگاند 6دندانه کیلیت دهنده ای ست که صرف نظر از بار کاتیون ها با آنها به نسبت 1:1 تشکیل کمپلکس می دهد. بهترین لیگاند برای تیتراسیون های کمپلکسومتری ست. معمولاً از نمک دی سدیم آن استفاده می شود ترلیون نام دارد و با کاتیون های دو ظرفیتی ترکیب می شود.

²¹ بنفش رنگ می شود

$$(V \text{ (EDTA شده مصرف)}) \times 0.02 (N_{\text{EDTA}}) \times 50000 / 50 \text{ (حجم نمونه)}$$

$$M^{2+} \text{ (g)} = V_{\text{EDTA}} \text{ (ml)} \times 0.02 \text{ (eq/l)} \times 1 \text{ (L)} / 1000 \text{ (ml)} \times 1 \text{ (eq } M^{2+}) / 1 \text{ (eq EDTA)} \times (g \text{ } M^{2+}) / 2 \text{ (eq } M^{2+})$$

$$M^{2+} \text{ (ppm)} = (g \text{ } M^{2+}) / 50 \text{ (ml)} \times 1000 \text{ (ml)} / 1 \text{ (l)} \times 1000 \text{ (mg)} / 1 \text{ (g)}$$

$$M^{2+} \text{ (ppm)} \times 100 \text{ (g CaCO}_3\text{)} / (g \text{ } M^{2+}) = \text{غلظت معادل کربنات کلسیومی یون کلسیم و منیزیم}$$

آماده سازی ها:

تهیه محلول 0.02N EDTA:

جهت ساختن 1L محلول EDTA با نرمالیتته دلخواه از رابطه زیر استفاده می کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

$$N = \text{نرمالیتته مورد نظر}$$

$$E = 372.23 = \text{اکی والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیتته اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می رسانیم.

تعیین فاکتور:

1) به 20ml آب دمین حدود 8 قطره بافر تامپون pH=10 اضافه کرده بعد آریوکروم بلکتی اضافه کرده با EDTA تیتتر می کنیم. ← شاهد^{۲۲}

2) با استفاده از پیپت 20ml, 0.02F ZnO برداشته و حدود 8 قطره بافر تامپون pH=10 اضافه کرده بعد آریوکروم بلکتی اضافه کرده با EDTA تیتتر می کنیم. ← این مرحله حداقل سه مرتبه تکرار می شود
با استفاده از حجم های حاصل شده و به کمک رابطه $N_1 V_1 = N_2 V_2$ نرمالیتته ها را محاسبه کرده و میانگین می گیریم.

²² شاهد دو کاربرد دارد. اولاً برای مقایسه رنگ استفاده می شود دوماً ممکن است آب مقطر استفاده شده برای محلول سازی دقیقاً pH هفت نداشته باشد که در آن صورت حجم تیتران مصرفی برای شاهد را از حجم تیتران مصرفی برای نمونه کم می کنیم.

تهیه مورکسید:

1g از پودر مورکسید (آمونیم پور پورات) را با 200g شکر یا نمک خالص مخلوط کرده، آسیاب می کنیم.

تهیه سود 2N:

جهت ساختن 1L محلول سود با نرمالیت دلخواه از رابطه زیر استفاده می کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

حجم اسید غلظ

$$N = \text{نرمالیت مورد نظر}$$

$$E = 40 = \text{اکی والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیتته اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می رسانیم.

آزمایش شماره نه: اندازه گیری میزان و نوع قلیائیت نمونه آب

هدف:

اندازه گیری کمی و کیفی قلیائیت نمونه آب با روش تیتراسیون و به کمک معرف های فنل فتالین و متیل اورانژ

تئوری:

قلیائیت آب برابر با مجموع غلظت یون های کربنات، بی کربنات و هیدروکسیل موجود در آب است. غلظت آنیون های دیگر چون فسفات و سیلیکات در مقایسه با غلظت این سه یون قابل صرف نظر کردن است. در واقع قلیائیت آب معیاری از ظرفیت آن در خنثی کردن اسیدها و یا به عبارتی معرف مقدار اسید مورد نیاز برای کاهش pH تا حد مطلوب است؛ و هرچه قلیائیت آب بیشتر باشد ظرفیت بافری آن بیشتر است.

انواع قلیائیت:

1- قلیائیت ساده یا فنلی (قلیائیت نسبت به فنل فتالین)

به نمونه فنل فتالین اضافه میکنیم در صورت تغییر رنگ نمونه به صورتی^{۲۳} نمونه قلیائیت ساده دارد. افزایش تدریجی اسید سولفوریک به نمونه تا زمانی که رنگ محلول بی رنگ شود باعث می شود که pH نمونه در حدود 8.3 قرار گیرد. یون هیدروژن اسید تا این pH برای خنثی کردن یون هیدروکسیل و تبدیل یون کربنات به یون بی کربنات مصرف می شود.



از آنجا که هر اکسی والان یون هیدروژن (اسید) با یک اکسی والان یون هیدروکسیل یا کربنات ترکیب می شود؛ پس تعداد اکسی والان های اسید مصرفی با تعداد اکسی والان های یون های تشکیل دهنده قلیائیت برابرند.

2- قلیائیت کل یا متیلی (قلیائیت نسبت به متیل اورانژ)

در اندازه گیری قلیائیت کل از معرف متیل اورانژ استفاده می شود، و با اسد سولفوریک تیترو می کنیم. زمانی که رنگ محلول به نارنجی متمایل به قرمز تغییر کند، pH در حدود 4.5 است و در این مرحله واکنش های زیر انجام

²³ $8.3 < \text{pH} < 10$

می‌شود.



این بی کربنات دو منبع دارد: یکی حاصل از تست قلیائیت فنلی و یکی بی کربنات خود آب

رابطه pH با غلظت هریک از آنیون‌های تشکیل دهنده قلیائیت:

در pHهای مختلف، از غلظت حداقل یکی از سه یون عامل قلیائیت می‌توان صرف‌نظر کرد.

در $\text{pH} < 9$ غلظت OH^- در مقایسه با غلظت کربنات و بی کربنات قابل صرف‌نظر کردن است.

در $\text{pH} > 11.5$ غلظت بی کربنات تقریباً صفر است.

همچنین در اثر کاهش pH آب، یون‌های کربنات به بی کربنات و گاز دی اکسید کربن تبدیل می‌شود: در $\text{pH} < 5$ تنها گاز دی اکسید کربن در آب وجود دارد و در $\text{pH} > 12$ تنها یون کربنات در آب وجود دارد.

رابطه بین غلظت فنولی/P و غلظت متیلی/M با غلظت آنیون‌های تشکیل دهنده قلیائیت به صورت زیر است:

قلیائیت	HCO_3^-	CO_3^-	OH^-
$P = 0$	M	0	0
$P = M$	0	0	P
$P = M/2$	0	2P	0
$P > M/2$	0	$2(M-P)$	$2P-M$
$P < M/2$	$M-2P$	2P	0

جدول شماره 1: رابطه غلظت آنیون‌های عامل غلیائیت با قلیائیت

با دانستن قلیائیت ساده و کل می‌توان pH آب را با توجه به نمودارهای مخصوص تخمین زد. هرچه قلیائیت ساده کمتر و قلیائیت کل بیشتر باشد، pH آب کمتر است؛ و هرچه قلیائیت ساده بیشتر باشد، pH آب بیشتر است.

روش کار:

قسمت اول قلیائیت ساده/فنلی

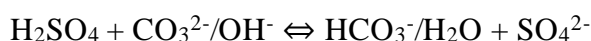
مواد لازم: معرف فنل فتالین، H_2SO_4 0.02N

وسایل لازم: ارلن 100ml، استوانه مدرج 50ml، قطره چکان، بورت

با استوانه مدرج 50ml از نمونه را به یک بالن انتقال می‌دهیم. حدود 5 قطره معرف فنل فتالین اضافه می‌کنیم^{۲۴} و با H_2SO_4 0.02N تیترو می‌کنیم^{۲۵}.

محاسبات:

$$(V_{H_2SO_4} \times 0.02N \times 50000) / 50 \text{ ml}$$



$$V_{H_2SO_4} \times N_{H_2SO_4} = V_{\text{Sample}} \times N_{\text{Sample}} \Rightarrow (V_{H_2SO_4} \times 0.02N) / 50 \text{ ml} = N_{\text{Sample}}$$

$$N_{\text{Sample}} \times 50000 = \text{غلظت معادل کربنات کلسیمی}$$

آماده سازی‌ها:

تهیه محلول H_2SO_4 0.02N:

جهت ساختن 1L محلول اسید سولفوریک با نرمالیت دلخواه از رابطه زیر استفاده می‌کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

$$N = \text{نرمالیت مورد نظر}$$

$$E = 94 = \text{اکی‌والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانسیته اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می‌رسانیم.

به وسیله محلول استاندارد $NaOH$ یا Na_2CO_3 تعیین فاکتور می‌شود:

از آنجا که نرمالیت محلول استاندارد مشخص است، پس با برداشتن حجم مشخصی از آن و تیترو کردن محلول

²⁴ تغییر رنگ به صورتی داریم. اگر محلول تغییر رنگ نداشته باشد، قلیائیت فنلی نداریم.

²⁵ تغییر رنگ به بی‌رنگ داریم.

استاندارد بوسیله نترات طبق رابطه $N_1V_1=N_2V_2$ می توان نرمالیت محلول نقره نیترات را مشخص کرد.

قسمت دوم قلیائیت کل /متیلی

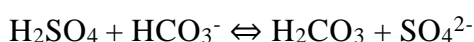
مواد لازم: معرف متیل اورانژ 0.05%، H_2SO_4 0.02N

وسایل لازم: ارلن 100ml، قطره چکان، بورت

نمونه حاصل از آزمون قلیائیت فنلی را به یک بالن انتقال می دهیم. حدود 5 قطره معرف متیل اورانژ^{۲۶} اضافه می کنیم و با H_2SO_4 0.02N تیترا می کنیم^{۲۷}.

محاسبات:

$$(V_{H_2SO_4} \times 0.02N \times 50000) / 50 \text{ ml}$$



$$V_{H_2SO_4} \times N_{H_2SO_4} = V_{Sample} \times N_{Sample} \Rightarrow (V_{H_2SO_4} \times 0.02N) / 50 \text{ ml} = N_{Sample}$$

$$غلظت معادل کربنات کلسیمی = N_{Sample} \times 50000$$

آماده سازی ها:

تهیه محلول H_2SO_4 0.02N:

جهت ساختن 1L محلول اسید سولفوریک با نرمالیت دلخواه از رابطه زیر استفاده می کنیم.

$$V = N \times E \times 100 / \rho \times C$$

$$N = \text{نرمالیت مورد نظر}$$

$$E = 94 = \text{اکی والان گرم اسید}$$

$$\rho = \text{دانشیت اسید}$$

$$C = \text{غلظت اسید}$$

²⁶ می توان به جای متیل اورانژ از مخلوط بروموکروزل گرین و متیل رد استفاده کرد.

²⁷ تغییر رنگ محلول را از زرد به قرمز آجری داریم.

پس از محاسبه مقدار اسید غلیظ آن را در بالن 1L با آب مقطر به حجم می‌رسانیم.

به وسیله محلول استاندارد Na_2CO_3 یا NaOH تعیین فاکتور می‌شود:

از آنجا که نرمالیه محلول استاندارد مشخص است، پس با برداشتن حجم مشخصی از آن و تیترا کردن محلول

استاندارد بوسیله نقره نترات طبق رابطه $N_1V_1=N_2V_2$ می‌توان نرمالیه محلول نقره نترات را مشخص کرد.

تهیه معرف فنل فتالین $0.5\%^{28}$:

50g گرم پودر فنل فتالین را در 500ml الکل اتیلیک حل کرده و حجم محلول را با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.

تهیه معرف متیل اورانژ $0.05\%^{29}$:

0.05g از پودر متیل اورانژ (سدیم پارا دی متیل آمینو بنزو سولفات) را در مقداری آب مقطر حل کرده به حجم 100ml می‌رسانیم.

²⁸ این نوع از تهیه محلول براساس نسبت‌های وزنی حجمی (g/ml) است.

²⁹ این نوع از تهیه محلول براساس نسبت‌های وزنی حجمی (g/ml) است.

آزمایش شماره ده: اندازه گیری مقدار سیلیس نمونه آب

هدف:

اندازه گیری کمی سیلیس موجود در نمونه آب با روش اسپکتروفتومتری و به کمک معرف آمینو نفتل سولفوریک اسید

تئوری:

یک ترکیب مهم و فراوان سیلیس که در آب‌ها دیده می‌شود، دی اکسید سیلیس یا سیلیکاست. حذف سیلیکا عموماً در رابطه با آب تغذیه دیگ‌های بخار مطرح است، چرا که در رابطه با توربین‌های بخار ضرر وجود سیلیکا کاملاً ظاهر می‌شود.

سیلیکا اگر رسوب کند، رسوبی سخت و چسبنده تولید می‌کند که حذف آن مشکل بوده و شدیداً باعث کاهش انتقال حرارت می‌شود. رسوب سیلیکا روی پره‌های توربین علاوه بر تحمیل هزینه‌های بالای تمیز کردن باعث کاهش قابل توجه عملکرد و بازدهی نیروگاه‌ها می‌شود.

سیلیکا در آب‌های اسیدی تقریباً غیر محلول است ولی در pHهای قلیایی به مقدار اندک حل می‌شود.

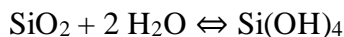
سیلیکا در آب دارای اشکال مختلف کریستالی و آمورف است، از شکل ساده سیلیکات تا به صورت پلیمری. باید توجه داشت حلالیت سیلیکای غیر کریستالی/آمورف در آب به شدت بیشتر از حالت کریستالی است.

شکل پلیمری سیلیکا در آزمایشات مبتنی بر مولیبدات، رنگی تولید نمی‌کند. به این شکل از سیلیکا، غیرفعال/Non reactive silica می‌گویند که از نظر حرارتی پایدار نیست و در اثر حرارت دیدن در بویلر بصورت مونومر سیلیکات بازی در می‌آید که با مولیبدات واکنش می‌دهد.

تعیین غلظت سیلیکا:

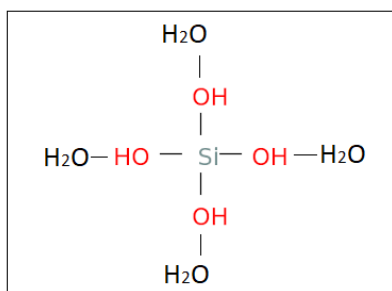
اگر از روش رنگ سنجی/کالریمتری استفاده شود، پس از اضافه کردن معرف مولیبدات آمونیوم و همزدن، سیلیکای فعال در عرض دو دقیقه با مولیبدات آمونیوم واکنش می‌دهد. اما سیلیکایی که بصورت مواد معلق یا کلوئیدی است در این اندازه گیری شرکت نمی‌کند؛ به همین علت اندازه گیری سیلیکا به روش رنگ سنجی دقیق

نیست. لذا بهتر است از روش جذب یا نشر اتمی برای تعیین غلظت سیلیکای آب استفاده کرد، در این روش کل سیلیکا بدون توجه به درجه پلیمریزاسیون اندازه گیری می شود.
 انحلال سیلیکا در آب:



Si(OH)_4 همان اسید سیلیسیلیک است که، اسیدی یک ظرفیتی است. اگر pH آب در حدود خنثی باشد این اسید یونیزه نمی شود؛ در pH بالا درجه یونیزاسیون آن افزایش می یابد به طوری که در pH حدود ده، درجه یونیزاسیون تا حدود 50% افزایش می یابد.

اگر درجه یونیزاسیون اسید سیلیسیلیک یک ظرفیتی، کم باشد شروع به پلیمریزه شدن می کند. افزایش غلظت نیز سرعت پلیمریزه شدن این اسید را افزایش می دهد. علت چنین رفتاری را باید در ساختمان اتمی سیلیس دانست که شباهتی به اکسیژن دارد. در واقع سیلیکا را می توان یک مولکول تقریباً قطبی دانست. همانگونه که آب بخاطر پیوند هیدروژنی رفتار ویژه ای دارد، سیلیکا نیز در شرایط خاص تمایل به پلیمریزه شدن دارد. اسید سیلیسیلیک با 4 مولکول آب تشکیل پیوند می دهد، شکل (7).



شکل 7- اسید سیلیسیلیک در پیوند با آب

انواع مختلف سیلیکا:

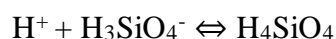
الف) سیلیکای فعال: همان اسید سیلیسیلیک که در غلظت های کمتر از 100ppm تنها صورت سیلیکای محلول است.

ب) سیلیکای کلئیدی (غیرفعال): از پلیمریزاسون سیلیکا سلخته می شود.

ج) سیلیکای ذره ای: بصورت ذرات ریز شن باعث افزایش مواد معلق آب می شود.

مشکلات سیلیکا:

1- سیلیکای محلول در اندازه گیری قلیلیت هم می تواند دخالت کند و در تیتراسیون برای اندازه گیری قلیلیت به صورت زیر شرکت می کند:



2- چون حلالیت سیلیکا در آب با افزایش دما، افزایش می یابد. از این رو برای مبدل های حرارتی چندان مشکل ساز نیست. اما مشکل اصلی سیلیکا وقتی ظاهر می شود که از آب بصورت بخار با فشار زیاد برای تولید انرژی الکتریکی استفاده شود.

غلظت سیلیکا در بخار آب به pH آب تغذیه، فشار دیگ بخار و غلظت سیلیکا در آب بستگی دارد. برای حذف سیلیکا می توان از روش های جذب سطحی، اسمز معکوس و بکارگیری رزین های آنیونی استفاده کرد.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، HCl 1:1، آمونیوم مولیبدات، اگزالیک اسید، آمینو نفتل سولفوریک اسید
وسایل لازم: دو عدد بشر 100ml پلاستیکی، استوانه مدرج 50ml پلاستیکی، پیپت 1ml، 1.5ml، 2ml پلاستیکی، دستگاه طیف سنج مرئی-فرا بنفش

محلول 1: با استوانه از استوانه مدرج 50ml آب مقطر (شاهد) را به بشر اضافه کرده، با کمک پیپت 1ml HCl 1:1 بعد با کمک پیپت 2ml آمونیوم مولیبدات³⁰ اضافه کرده و هم می زنیم. 5 دقیقه به محلول استراحت می دهیم بعد با کمک پیپت 1.5ml اگزالیک اسید اضافه کرده³¹ هم می زنیم. 1 دقیقه به محلول استراحت می دهیم. با کمک پیپت 2ml آمینو نفتل سولفوریک اسید افزوده هم می زنیم. 10 دقیقه به محلول استراحت می دهیم.

محلول 2: با استوانه از استوانه مدرج 50ml از نمونه را به بشر اضافه کرده، با کمک پیپت 1ml HCl 1:1 بعد با کمک پیپت 2ml آمونیوم مولیبدات اضافه کرده و هم می زنیم. 5 دقیقه به محلول استراحت می دهیم بعد با کمک پیپت 1.5ml اگزالیک اسید اضافه کرده هم می زنیم. 1 دقیقه به محلول استراحت می دهیم. با کمک پیپت 2ml آمینو نفتل سولفوریک اسید افزوده هم می زنیم. 10 دقیقه به محلول استراحت می دهیم.

³⁰ از معرف فسفات برای حذف مزاحمت فسفر استفاده می شود.

³¹ برای حذف رنگ زرد آمونیم مولیبدات و از بین بردن تداخل رنگ استفاده می شود.

دستگاه را (چند دقیقه قبل از انجام آنالیز) روشن می‌کنیم. از منوی user program گزینه SiO_2 را انتخاب کرده دکمه start را می‌زنیم. سل یک سانتی‌متری را اول با آب مقطر شستشو داده و بعد با محلول 1، دو مرتبه کر می‌دهیم. سل را از محلول 1 پر می‌کنیم. سل را با دستمال مخصوص خشک و تمیز می‌کنیم بعد درون جایگاه مخصوص اش قرار می‌دهیم (توجه داشته باشید روی وجه‌های شفاف سل دست نگذارید و قبل از قرار دادن سل در دستگاه آنها را تمیز کنید که سبب اختلال در عبور نور نشده و خطا ایجاد نکند)، سل را به گونه‌ای در دستگاه قرار دهید که دو وجه شفاف در راستای عبور نور/ روبروی روزنه باشد. دکمه zero را فشار می‌دهیم. حالا سل را برداشته خالی می‌کنیم و با محلول 2، دو مرتبه کر داده و از محلول 2 پر می‌کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می‌دهیم. پس از اتمام کار حتما سل را با آب مقطر شسته و دستگاه را خاموش کنید. عدد گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم.

نکته مهم: اگر دستگاه هشدار Under rang بدهد یعنی غلظت محلول پایین است و دستگاه قادر به شناسایی کمی نیست. لذا باید از سل 5cm برای اندازه گیری غلظت فسفات نمونه استفاده کنیم.

توجه داشته باشید، اگر نمونه آب رنگی است مثل آب بویلر 13تنی باید قبل از شروع آنالیز آن را (با دو لایه کاغذ صافی 41) صاف می‌کنیم، که نمونه تا آخرین حد ممکن شفاف شده و مزاحمت رنگی به حداقل برسد.

دستگاه‌وری:

به صفحه 16 مراجعه کنید.

آماده سازی‌ها:

تهیه HCl 1:1³²

مقدارهای مساوی از اسید کلردریک و آب مقطر را با هم مخلوط می‌کنیم. مقادیر وابسته به حجم مورد نیاز از محلول نهایی است.

تهیه معرف آمونیوم مولیبدات:

³² این نوع از تهیه محلول براساس نسبت‌های حجمی حجمی است.

10g آمونیم مولیبدات چهار آبه ($(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4 \text{H}_2\text{O}$) را در مقدار کمی آب مقطر حل کرده و کمی حرارت می‌دهیم تا وقتی که به طور کامل حل شود. محلول را به حجم 100ml رسانده و صاف می‌کنیم. با استفاده از NaOH، pH آن را بین 7-8 تنظیم می‌کنیم و در ظرف پلی اتیلن تیره نگهداری می‌کنیم.

تهیه اگزالیک اسید:

7.5g اسید اگزالیک ($\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کرده و تا حجم 100ml رقیق می‌کنیم³³.

تهیه آمینو نفتل سولفوریک اسید:

0.5g آمینو نفتل سولفوریک اسید و 1g Na_2SO_3 را در 50ml آب مقطر حل کرده و اگر حل نشد کمی حرارت می‌دهیم. این محلول را به محلول دیگری حاوی 30g NaHSO_3 که در حدود 100ml آب مقطر حل شده است (برای انحلال کامل به حرارت نیاز دارد.) اضافه کرده و به حجم 200ml می‌رسانیم. آن را صاف کرده و در ظرف پلاستیکی تیره، در یخچال نگهداری می‌کنیم.

³³ اگر حل نشد از حرارت دادن کمک می‌گیریم.

آزمایش شماره یازده: اندازه گیری مقدار آهن نمونه آب

هدف:

اندازه گیری کمی آهن موجود در نمونه آب با روش اسپکتروفتومتری و به کمک معرف تیوگلیکولیک اسید

تئوری:

از آنجایی که بویلرها در نیروگاه های بخار به عنوان حساس ترین نقطه سیستم محسوب می گردد و با توجه به این مسئله که جنس تقریباً تمام بویلرها از آلیاژهای فولاد می باشد و خوردگی این فلز در شرایط دما و فشار بالا زیاد است بنابراین اهمیت تعیین میزان خوردگی بویلرها برای متخصصین این امر بسیار بالا می باشد و جهت جلوگیری از خوردگی این آلیاژ و تعیین میزان خوردگی آن اقدامات و تحقیقات زیادی صورت گرفته است. فولاد کربنی که جنس لوله های بویلر می باشد در محدوده pH های 9 تا 10 بهترین شرایط را از نظر مقاومت در برابر خوردگی دارد به همین خاطر سعی شده است جهت جلوگیری از خوردگی آن pH محیط بویلرها در این محدوده ها کنترل گردد. اما جهت حذف تأثیر خوردگی عوامل و یون های مزاحم داخل سیال از آب بدون یون استفاده می گردد. اما با این وجود شرایط جهت خوردگی آهن باز هم در دماهای بالا وجود دارد.

جهت اندازه گیری آهن محلول روش های متعددی وجود دارد که به شرح ذیل می باشند:

(الف) روش جذب اتمی، اشعه ایکس و ...

(ب) روش های اسپکتروفتومتری که تعداد آنها زیاد می باشد

(ج) روش های تیتراسیون مثل تیتراسیون باپرمنگنات، تیتراسیون با تیوسولفات تیتراسیون با SCN و ...

نکته ای که باید مد نظر قرار دهید در روش های اسپکتروفتومتری و تیتراسیون، اگر آهن غیریونی در محلول وجود داشته باشد بایستی ابتدا آن را به آهن یونی تبدیل کرد و همچنین جهت اندازه گیری غلظت یون های آهن بایستی یکی از ظرفیت های آهن را به ظرفیت دیگر آن تبدیل نماییم و بعد تست انجام گیرد که معمولاً جهت این امر از اسیدهایی مثل HCl، HNO₃ و ... استفاده می شود.

روش های جذب اتمی و اشعه ایکس روش هایی با دقت و حساسیت بالا می باشند اما جهت انجام آن ها به دستگاه های گران قیمتی نیاز است و آماده سازی نمونه در این روش ها کمی سخت و زمان گیر است. این

روش‌ها معمولاً در موسسات تحقیقاتی و دانشگاه‌ها که کار زیاد و روتین انجام نمی‌دهند قابل استفاده می‌باشند.

روش‌های تیتراسیون معمولاً روش‌هایی با دقت و حساسیت پایین می‌باشند و عمدتاً در محدوده ppm بکار می‌روند سرعت این روش‌ها نسبتاً بالا است اما از آنجاییکه در خواندن سطح بورت و همچنین تشخیص رنگ فرد نقش اصلی را دارد و عوامل متعددی بر کارایی آن موثر می‌باشد این روش‌ها به مراتب دارای دقت کم‌تری نسبت به دو روش دیگر می‌باشند.

روش‌های اسپکتروفتومتری روش‌هایی با حساسیت و دقت بالا می‌باشند و در محدوده مورد نظر ما برای بویلرها و توربین‌ها کارایی مناسبی دارند و سرعت تست آنها بالاست. اصول روش‌های اسپکتروفتومتری ذاتاً بر تشکیل یک ترکیب رنگ ساز بین آهن و پاره‌ای از معرفها می‌باشد که در اینجا با استفاده از شدت رنگی که در محلول حاوی آهن ایجاد می‌شود مقدار غلظت آهن را داخل نمونه‌ها محاسبه می‌نمایند که این شدت رنگ رابطه مستقیمی با غلظت براساس قانون بیر دارد.

روش کار:

مواد لازم: آب مقطر، 37% HCl، معرف تیوگلیکولیک اسید^{۳۴}، آمونیاک

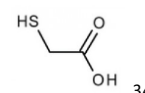
وسایل لازم: دو عدد بشر 50ml، استوانه مدرج 25ml، قطره چکان، دستگاه طیف‌سنج مرئی-فرابنفش

این روش نیاز به یک آماده‌سازی اولیه دارد. به این دلیل که رنج آهن نمونه‌های آب پایین است، باید قبل از شروع کار بشرها را پاک‌سازی کنیم که آهن رو جداره داخلی ظرف نمانده باشد.

آماده‌سازی اولیه بشرها:

2/3 از حجم بشرها را با آب مقطر پر کرده، زیر هود به آن 2ml 37% HCl اضافه کرده با هیتر حرارت می‌دهیم بطوری که 10 دقیقه جوش بخورد. بشرها را خالی کرده و با آب دمین می‌شوئیم. درون آون خشک می‌کنیم. (توجه داشته باشید هنگام انتقال بشرها به بیرون از آون، گیره را داخل بشر نگذارید.)

محلول 1: با استوانه از استوانه مدرج 25ml آب مقطر (شاهد) را به بشر اضافه کرده، زیر هود به آن 1-5ml HCl 37% اضافه کرده با هیتر حرارت می‌دهیم بطوری که حجم محلول 1/5 شود. جداره بشر را با اندکی آب مقطر کر



داده و اجازه می‌دهیم که محلول سرد شود. حدود 5 قطره معرف تیوگلیکولیک اسید اضافه کرده، هم می‌زنیم. هم‌زمان با هم‌زدن محلول قطره قطره به آن آمونیاک اضافه می‌کنیم، تا زمانی که محلول ارغوانی رنگ شود. محلول را به حجم 25ml می‌رسانیم و 10 دقیقه به آن استراحت می‌دهیم.

محلول 2: با کمک استوانه مدرج 25ml از نمونه را به بشر اضافه کرده، زیر هود به آن 1-5ml 35% HCl اضافه کرده با هیتر حرارت می‌دهیم بطوری که حجم محلول 1/5 شود. جداره بشر را با اندکی آب مقطر کر داده و اجازه می‌دهیم که محلول سرد شود. حدود 5 قطره معرف تیوگلیکولیک اسید اضافه کرده، هم می‌زنیم. هم‌زمان با هم‌زدن محلول قطره قطره به آن آمونیاک³⁶ اضافه می‌کنیم، تا زمانی که محلول ارغوانی رنگ شود. محلول را به حجم 25ml می‌رسانیم و 10 دقیقه به آن استراحت می‌دهیم.

دستگاه را (چند دقیقه قبل از انجام آنالیز) روشن می‌کنیم. از منوی user program گزینه Fe-Thiogoli- را انتخاب کرده دکمه start را می‌زنیم. سل یک سانتی‌متری را اول با آب مقطر شستشو داده و بعد با محلول 1، دو مرتبه کر می‌دهیم. سل را از محلول 1 پر می‌کنیم. سل را با دستمال مخصوص خشک و تمیز می‌کنیم بعد درون جایگاه مخصوص اش قرار می‌دهیم (توجه داشته باشید روی وجه‌های شفاف سل دست نگذارید و قبل از قرار دادن سل در دستگاه آنها را تمیز کنید که سبب اختلال در عبور نور نشده و خطا ایجاد نکند)، سل را به گونه‌ای در دستگاه قرار دهید که دو وجه شفاف در راستای عبور نور/ روبروی روزنه باشد. دکمه zero را فشار می‌دهیم. حالا سل را برداشته خالی می‌کنیم و با محلول 2، دو مرتبه کر داده و از محلول 2 پر می‌کنیم. سل را داخل دستگاه گذاشته دکمه Read را فشار می‌دهیم. پس از اتمام کار حتما سل را با آب مقطر شسته و دستگاه را خاموش کنید. عدد گزارش شده توسط دستگاه را در دفتر مربوطه و سیستم کامپیوتری وارد می‌کنیم.

نکته مهم:

1. اگر نمونه غلیظ است به حجم 50ml یا 100ml برسانید.

2. اگر دستگاه هشدار Under rang بدهد یعنی غلظت محلول پایین است و دستگاه قادر به شناسایی کمی نیست. لذا باید از سل 5cm برای اندازه‌گیری غلظت فسفات نمونه استفاده کنیم.

³⁵ آهن و اکثر فلزات واسطه در واکنش‌های خود در حالت محلول از ظرفیت دو خود استفاده می‌کنند؛ باید آن بخش از آن را که بصورت Fe_2O_3 است به Fe^{2+} تبدیل کنیم:
$$\text{Fe}_2\text{O}_3 + 6 \text{HCl} \rightarrow 2 \text{FeCl}_3 + 3 \text{H}_2\text{O}$$

³⁶ معرف تیوگلیکولیک اسید با یون‌های آن تشکیل کمپلکسی می‌دهد که در محیط قلیایی ارغوانی رنگ است.

توجه داشته باشید، اگر نمونه آب رنگی است مثل آب بویلر 13 تنی باید قبل از شروع آنالیز آن را (با دو لایه کاغذ صافی 41) صاف می‌کنیم، که نمونه تا آخرین حد ممکن شفاف شده و مزاحمت رنگی به حداقل برسد.

دستگاه‌وری:

به صفحه 16 مراجعه کنید.

منابع:

- کتاب اصول تصفیه آب تالیف دکتر محمد چالش امیری
- کتاب تصفیه آبهای صنعتی تالیف مهندس مرتضی حسینیان
- کتاب شیمی آب تالیف دکتر دانشور
- کتاب آب شناسی تالیف دکتر غفوری و مرتضوی
- کتاب مبانی شیمی تجزیه تالیف اسکوگ وست
- دستورالعمل آزمایشات آب تالیف خانم مهندس ریاحی