

دستورالعمل و روش های اندازه گیری عوامل
فیزیکو شیمیایی و مواد شیمیایی معدنی سمی در
آب آشامیدنی

خرداد ماه ۱۳۸۹

تهیه و ترجمه : مهندس پروین بینای مطلق

فهرست مطالب

صفحه	عنوان
۳	مقدمه
<u>روش اندازه گیری ویژگیهای فیزیکی</u>	
۴.....	جامدات محلول در ۱۸۰ درجه سانتیگراد
۵.....	هدایت الکتریکی
۶.....	کدورت
۶.....	pH
۷.....	رنگ
<u>روش اندازه گیری مواد شیمیایی معدنی</u>	
۹.....	سختی کل
۱۲.....	سختی کلسیم
۱۴.....	سختی منیزیم
۱۴.....	سختی دائم
۱۴.....	قلیائیت
۱۸.....	کلور
۲۱.....	سولفات
۲۳.....	نترات
۲۵.....	نیتريت
۲۷.....	آمونیاک

۲۹.....	فلوراید
۳۲.....	فسفات
۳۴.....	سولفید
۳۶.....	سیانور
۴۰.....	دی اکسید کربن
۴۲.....	سدیم
۴۴.....	پتاسیم
۴۶.....	اسیدپته
۴۸.....	اندازه گیری کلرباقیمانده
۵۸.....	اندازه گیری کلر فعال در هیپوکلریت کلسیم
۶۰.....	اندازه گیری فلزات سنگین
۶۳.....	محلول سازی و تعاریف محلولها (ضمیمه ۱)
۶۵.....	جذب اتمی (ضمیمه ۲)
۶۹.....	بررسی درستی وصحت آزمایشات شیمیایی (ضمیمه ۳)
۷۳.....	منابع

به نام خدا

مقدمه

پیشگیری از بیماریهای منتقله از آب و تشخیص و سنجش انواع آلاینده ها در آب آشامیدنی مستلزم داشتن اطلاعات و داده های قابل اطمینان می باشد و در این راستا آزمایشگاههای بهداشت آب و فاضلاب مرجعی برای دسترسی به این اطلاعات می باشد . به منظور رسیدن به این اهداف و ارائه نتایج مطمئن ، با دقت بالا و به منظور یکسان سازی روشهای آزمون فیزیکی شیمیایی آب آشامیدنی و عدم استفاده از منابع و مراجع متعدد و غیر معتبر در انجام آزمایشات آب این مجموعه " دستور العمل آزمایشات فیزیکی شیمیایی آب آشامیدنی " تهیه و تقدیم همکاران می گردد .

اندازه گيري ويژگيهاي فيزيكي

كل جامدات محلول در ۱۸۰

براي اندازه گيري كل جامدات محلول ابتدا كپسول چيني را به مدت يك ساعت در 2 ± 180 درجه ساتيگراد قرار داده وسپس در دسيكاتور خنك و قبل از آزمون آنرا وزن كنيد .

تجهيزات مورد نياز

ترازوي حساس الكتريكي ، وسايل فيلتراسيون ، دسيكاتور ، وسايل شيشه اي مورد نياز

انتخاب صافي و حجم نمونه : جمعي از نمونه را انتخاب مي كنيم تا در حجم برداشتي باقيمانده خشك ۲۰۰ ميليگرم در ليتر حاصل شود و چنانچه بيشتر از ۱۰ دقيقه زمان براي صاف كردن نياز داشته باشد ، يا قطر منافذ فيلتر را افزايش داده (فيلتر با منافذ ۴۰-۶۰ ميكرون) و يا حجم نمونه را کاهش مي دهيم .

نمونه را با همزن مخلوط کرده و يك حجم مشخصي از آنرا برداشته و فيلتر مي كنيم و با آب مقطر در حجم هاي ۱۰ ميلي ليتري شستشو داده ، قسمت فيلتر شده را + آب مقطر شستشو داده شده به يك كپسول چيني منتقل نموده و روي حمام بخار خشك نماييد و به مدت يكساعت در حرارت 2 ± 180 درجه ساتيگراد قرار داده سپس در دسيكاتور خنك نموده و بعد آنرا وزن كنيد و از روي فرمول زير كل جامدات محلول را اندازه گيري نماييد .

$$\text{كل جامدات محلول ميليگرم در ليتر} = \frac{(A-B) \cdot 1000}{\text{mil sample}}$$

A - وزن باقيمانده خشك + كپسول چيني

B- وزن كپسول چيني

هدایت الکتریکی

هدایت الکتریکی معیاری از توان آب برای هدایت جریان الکتریکی میباشد که این ویژگی با کل غلظت مواد یونیزه شده در آب (یونهای مثبت و منفی) و دمایی که اندازه گیری در آن انجام می شود مرتبط می باشد. هدایت الکتریکی آب را با دستگاهی به نام کندانکتیویمتر اندازه گیری و براساس واحد میکروموس بر سانتیمتر گزارش می نمایند. با اندازه گیری هدایت الکتریکی می توان به کیفیت آب و طبقه بندی آن پی برد

بین کل مواد جامد محلول در یک نمونه و قابلیت هدایت الکتریکی رابطه زیر برقرار می باشد :

مقدار کل مواد جامد محلول را می توان از ضرب قابلیت هدایت الکتریکی در ضریب تجربی (۰/۷-۰/۵۵) تخمین زد که بستگی به ترکیبات محلول و درجه حرارت اندازه گیری شده دارد.

* محلول استاندارد کلرید پتاسیم ۰/۰۱ M : ۶ / ۷۴۵ میلی گرم کلرید پتاسیم بدون آب را در آب مقطر حل و تا یک لیتر رقیق می کنیم این محلول در ۲۵ درجه سانتیگراد دارای هدایت الکتریکی برابر با $1413 \mu\text{mhos/cm}$ می باشد. این محلول را در بطری پیرکس با درب شیشه ای نگهداری نمایید .

دما و هدایت الکتریکی محلول استاندارد هر روز اندازه گیری شود.

تجهیزات مورد نیاز

کندانکتیویمتر

روش آزمون : دستگاه را آماده نموده دما و هدایت الکتریکی نمونه ها و استاندارد را اندازه گیری و در صورت مشابه بودن دمایی نمونه و استاندارد از روی فرمول زیر هدایت الکتریکی نمونه را محاسبه کنید .

$$\mu\text{mhos/cm} \text{ هدایت اندازه گیری شده با دستگاه} * \frac{1413}{\text{هدایت محلول استاندارد}} = \text{هدایت الکتریکی}$$

كدورت

ذرات خاک رس، شن، ذرات مواد معدنی، ذرات مواد آلی و پلانکتونها و سایر ارگانهای ذره بینی که به صورت معلق در آب وجود دارند و مانع عبور نور از آب می شوند سبب ایجاد کدورت در آب میگردند.

كدورت را بر اساس شدت نور پراکنده شده به وسیله نمونه، با شدت نور پراکنده شده بوسیله نمونه رفرانس استاندارد (سوسپانسیون پلیمر فورمازین) ، در تحت شرایط کنترل شده مقایسه می نماید .

هرچه شدت نور پراکنده شده در زاویه ۹۰ درجه مسیر نور برخورد کننده (incident) بیشتر باشد ، کدورت بالاتر است ، حباب هوا ، رنگ ، شیشه آلات کثیف از جمله عوامل تداخل کننده می باشند .

تجهیزات مورد نیاز

تور بیدیمتر

روش آزمون

کالیبره کردن دستگاه : پس از آماده کردن دستگاه ، با استفاده از استانداردهای آماده که بطورتجاری موجود می باشند (تر جیحا) و متناسب با تخمین دامنه کدورت نمونه ها ، رنج مورد نظر را انتخاب و استاندارد مر بوطه را در محفظه کدورت سنج قرار داده و میزان آنرا قرائت کنید. سپس نمونه ها را کاملاً مخلوط نموده و وقتی که حبابهای هوا از بین رفت داخل سل کدورت سنج ریخته ، سطح خارجی سل را خشک نموده و در داخل محفظه قرار داده و مستقیماً میزان کدورت را قرائت و یادداشت کنید .

pH آب (غلظت یون H^+)

اندازه گیری pH یکی از مهمترین فاکتورها و آزمایشات در شیمی آب می باشد . زیرا در بسیاری از مراحل مختلف تأمین آب ، مانند : نرم کردن ، رسوب گیری ، انعقاد، ضدعفونی و کنترل

خورندگی و تصفیه فاضلاب نقش دارد. همچنین در اندازه گیری قلیائیت و دی اکسید کربن و بسیاری از توازن های اسیدی و بازی pH دخالت دارد.

pH میزان قلیایی یا اسیدی بودن آب را نشان می دهد. آبهای اسیدی ($pH > 7$) خاصیت خورندگی داشته و فلزات را فرسوده می کنند. این عمل موجب اضافه شدن موادی چون آهن، مس، سرب، روی و کادمیم به آب می شود. حد مطلوب pH برای آب در رنج ۷-۸/۵ است

روش اندازه گیری

الف- استفاده از دستگاه pH متر

ب- استفاده از کیت های pH سنج و مقایسه رنگ

رنگ

رنگ در آب های سطحی و زیر زمینی در نتیجه حضور مواد آلی طبیعی، بویژه مواد هیومیک موجودات آبی ایجاد می شود. مواد هیومیک شامل اسیدهای هیومیک و فلوویک می باشند که هر دو سبب رنگ زرد در آب می شوند، اسیدهای هیومیک سبب رنگ زرد بیشتری می شوند. حضور آهن تشکیل رنگ هیومات فریک محلول را تشدید می کند. ذرات معلق، خاک، آلگها، و اکسیدهای آهن و منگنز یک رنگ ظاهری به آب می دهند و آنها باید قبل از اندازه گیری از آب جدا شوند.

برای اندازه گیری رنگ در آب از دو روش اسپکتروفتو متری و روش مقایسه چشمی استفاده میشود

نمونه برداری و نگهداری آن: نمونه ها را در بطری های شیشه ای یا پلی اتیلنی نمونه برداری و قبل از پر کردن بطری یک بار با نمونه شستشو دهید. نمونه ها در عرض ۲۴ ساعت از زمان نمونه برداری باید آنالیز شوند و تا زمان اندازه گیری باید در درجه حرارت پایین (سرد) نگهداری شوند و قبل از انجام آزمایش آنها را به درجه حرارت اتاق رساند.

آماده سازی نمونه: چنانچه نمونه مورد آزمایش دارای کدورت باشد قبل از آزمایش باید آنرا با فیلترهای فایبر گلاس با منافذ ۰/۴۵ میکرومتر صاف نمود

روش مقایسه چشمی : روش پلاتینیوم کبالت ، روش استاندارد برای آبهای طبیعی ، آبهای آشامیدنی وفاضلابهای صنعتی و خانگی می باشد . کدورت حتی به میزان کم ایجاد رنگ ظاهری و خطا ایجاد مینماید و سبب میشود که رنگ واقعی از مقدار خود بیشتر نشان داده شود. پس بنابراین قبل از انجام آزمایش ، کدورت نمونه باید بوسیله فیلتراسیون حذف شود. مقدار رنگ بستگی به pH دارد و در موقع گزارش رنگ باید pH نمونه نیز گزارش شود .

تجهیزات مورد نیاز

pH متر ، ترازوی حساس الکتریکی ، لوله نسلر ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

تهیه استاندارد داستوک : مقدار ۲۴۶ / ۱ گرم پتاسیم کلرو پلاتینات و ۱ گرم کلرور کبالت ۶ آب را $\text{CO Cl}_2 6 \text{H}_2\text{O}$ را وزن نموده و در یک بالن یک لیتری به همراه کمی آب مقطر، افزوده، سپس ۱۰۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ به آن اضافه و به حجم یک لیتر برسانید. این محلول دارای ۵۰۰ واحد رنگ (CU) برحسب پلاتین کبالت میباشد (این محلول به شکل تجارتي نیز وجود دارد).

تهیه استاندارد کار :

از محلول استاندارد فوق به ترتیب حجمهای ۱ ، ۲ ، ۳ ، ۴ ، ۶ ، ۸ ، ۱۰ ، و ۲۰ میلی لیتر ، را تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر در بالن ژوژه رقیق کرده این محلولها به ترتیب برابر با : ۵ ، ۱۰ ، ۱۵ ، ۲۰ ، ۲۵ ، ۳۰ ، ۴۰ ، ۵۰ و ۱۰۰ واحد رنگ میباشد . این استانداردها را برای استفاده به لوله های نسلر انتقال داده و آنها را از تبخیر و آلودگی تا زمان استفاده ، محافظت نموده و در تاریکی نگهداری می کنیم این استانداردها برای یک ماه قابل نگهداری می باشند.

اندازه گیری رنگ نمونه :

pH نمونه را اگر در رنج ۴-۱۰ باشد تا pH برابر با ۷ تنظیم می کنیم ۵۰ میلی لیتر نمونه را داخل لوله نسلر ریخته و با رنگهای استاندارد مقایسه و گزارش می کنیم اگر رنگ واقعی اندازه گیری میشود باید با استفاده از فیلتر آنرا صاف نماییم اگر مقدار رنگ بیشتر از ۱۰۰ واحد رنگ بود آنرا رقیق کنید و چنانکه کدورت وجود داشته باشد و حذف نشده باشد رنگ ظاهری گزارش می شود . مقدار رنگ را در صورت رقت از فرمول زیر گزارش می کنیم

$$\text{واحد رنگ} = \frac{A * 50}{B}$$

A = رنگ اندازه گیری شده يك نمونه رقيق شده

B = ميلي لیتر نمونه برداشت شده براي رقت

اندازه گیری مواد شیمیایی معدنی

سختی

سختی آب به اندازه گیری ظرفیت آب برای مصرف صابون مربوط می شود. صابون بوسیله یونهای کلسیم و منیزیم موجود در آب رسوب می کند، البته سایر کاتیونهای پلی والان نیز ممکن است صابون را رسوب دهند اما آنها غالباً به شکل کمپلکس هستند.

بحث کلی: وجود املاح کلسیم و منیزیم سبب سختی آبها می شود سختی آب بر دو نوع است سختی کربناته و سختی غیر کربناته. برخی املاح دیگر نظیر آهن و منگنز و آلومینیم باریوم، استرانسیم و روی که به ندرت در آب یافت می شوند، می توانند سختی آب را بالا ببرند ولی در هر حال سختی کل مربوط به غلظت کاتیونهای کلسیم و منیزیم است چنانچه املاح این کاتیونها به صورت کربنات و بیکربنات باشد به آن سختی کربناته و اگر به صورت سولفات، کلراید، نیترات، فسفات و... باشند به آن سختی غیر کربناته می گویند.

سختی برحسب میلیگرم کربنات کلسیم در لیتر بیان می شود. وقتی سختی از لحاظ عددی بزرگتر از مجموع قلیائیت کربنات و بیکربنات باشد مقدار سختی برابر است با قلیائیت کل و سختی کربناته نامیده می شود و مقدار سختی بیش از این باشد سختی غیر کربناته نامیده میشود. وقتی مقدار سختی برابر یا کمتر از قلیائیت کربنات و بیکربنات باشد تمام سختی کربناته است و سختی غیر کربناته وجود ندارد. مقدار سختی از رنج صفر تا صد ها میلیگرم برحسب نوع منبع و یا تصفیه ای که روی آب انجام می دهیم متغیر است.

اندازه گیری سختی کل

آب مورد آزمایش باید عاری از رنگ و کدورت باشد چون این عوامل می توانند بر روی واکنش تأثیر گذاشته و ایجاد مزاحمت نمایند. آهن، کبالت، نیکل و آلومینیم حتی با مقادیر جزئی می توانند بر نتایج سختی آب تأثیر بگذارند سختی را می توان با دو روش اندازه گیری نمود:

۱- روش محاسبه

۲- روش کمپلکسو متری (حجم سنجی) با استفاده از محلول استاندارد EDTA در حضور معرف اریو کروم بلك تي .

• روش محاسبه : در این روش با اندازه گیری غلظت یونهای کلسیم و منیزیم وبا استفاده از فرمول زیر مقدار سختی محاسبه می شود.

$$= \text{میلی گرم در لیتر یون منیزیم} * ۴/۱۱۸ + (\text{میلیگرم در لیتر یون کلسیم}) * ۲/۴۹۷ = \text{mg CO}_3\text{Ca /lit بر حسب سختی کل}$$

• روش کمپلکسومتری : در این روش با استفاده از محلول استاندارد EDTA در محیط با فرآمونیاکال ودر حضور معرف اریو کروم بلك تي سختی کل آب اندازه گیری می شود:

تجهیزات مورد نیاز

ترازوی حساس الکتریکی ، pH متر ، شیشه آلات آزمایشگاهی مورد نیاز

معرفها

۱-محلول بافر آمونیاکی ۱۶/۹ گرم کلرور امونیم را در ۱۴۳ میلی لیتر امونیاک غلیظ حل کرده سپس ۱/۱۷۹ گرم پودر خشک نمک سدیم EDTA دو آب و ۰/۷۸ گرم سولفات منیزیم ۷آبه ، یا ۰/۶۴۴ گرم کلرید منیزیم ۶آبه را در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل نموده واین محلول را به محلول آمونیاکی فوق افزوده و تا ۲۵۰ میلی لیتر رقیق می کنیم این محلول در ظروف شیشه ای یا پلاستیکی مناسب برای مدت یکماه پایدار است .

نوع تجارتي بافر امونیاکال بدون بو که حاوي نمک منیزیم EDTA می باشد نیز موجود می باشد .

۲-معرف اریو کروم بلك تي : ۵۰۰ میلیگرم از پودر اریو کروم بلك تي را با ۱۰۰ گرم کلرور سدیم مخلوط ودر هاون چینی خوب ساییده و مخلوط می کنیم .

۳-محلول EDTA ۰/۰۱ مولار ۳/۷۲۳ گرم پودر اتیلن دي امین تترا استیک اسید نمک دي سدیم را در آب مقطر حل کرده و تا يك لیتر رقیق نموده سپس طبق روش زیر با محلول کربنات کلسیم استاندارد آن را استاندارد می کنیم :

۴- محلول کربنات کلسیم استاندارد : يك گرم کربنات کلسیم بدون آب را در داخل يك ارلن ۵۰۰ ميلي ليتري ريخته وبا قرار دادن قيف برروي دهانه ارلن به آن اسيد كلريدريك (۱+۱) افزوده تا کربنات کلسیم حل شود سپس به آن ۲۰۰ ميلي ليتر آب مقطر اضافه نموده وبه مدت چند دقيقه به منظور خارج شدن CO₂ آنرا مي جو شانيم ،خنك کرده وچند قطره معرف متيل رد به آن افزوده وبا افزودن محلول آمونيم هيدروكسيد ۳ نرمال يا اسيد كلريدريك (۱+۱) تا ظهور رنگ پرتقالي pH آنرا تنظيم مي كنيم سپس به يك بالن ژوژه يك ليتري منتقل نموده و تا حجم يك ليتر رقيق ميكنيم
 $1\text{ ml} = 1\text{ mg caco}_3$

روش استاندارد کردن EDTA ۰/۰۱ مولار : ۲۰ ميلي ليتر از محلول استاندارد کربنات کلسیم فوق را داخل ارلن ۲۵۰ ميلي ليتري ريخته وبه ان ۱-۲ ميلي ليتر تامپون آمونياكال افزوده وسپس ۱ تا ۲ قطره محلول اربوكرم يا (۰/۱-۰/۲) گرم پودر اربوكرم بلك تي اضافه مي كنيم محتويات ارلن را مخلوط نموده تا رنگ قرمز روشن ايجاد شود اين محلول را با EDTA تا ايجاد رنگ آبي كه پايان واكنش است تيتر مينمائيم واز فرمول زير فاكتر EDTA را تعيين مي كنيم .

$$F \cdot V = F1 \cdot V1$$

F - فاكتر کربنات کلسیم كه برابر يك است .

V - حجم محلول کربنات کلسیم كه ۲۰ ميلي ليتر است

F1 - فاكتر EDTA

V1- حجم EDTA مصرفي براي خنثي کردن ۲۰ ميلي ليتر محلول استاندارد کربنات کلسیم

نمونه برداري : حداقل ۱۰۰ ميلي ليتر نمونه در ظروف پلي اتيلني يا شيشه اي جهت آزمون، نمونه برداري و حتي الامكان بدون تأخير به آزمایشگاه ارسال شود چنانچه اين عمل مقدور نباشد بهتر است نمونه ها را در شرايط خنك نگهداري نمود و اگر نياز باشد نمونه مدتي در آزمایشگاه نگهداري شود
 pH نمونه را توسط اسيد نيتریک بايد به کمتر از ۲ رساند. با اين شرايط نمونه تا ۶ ماه قابل نگهداري است .

روش آزمون

با توجه به حدود سختی، حجمی از نمونه را انتخاب می‌کنیم که کمتر از ۱۵ میلی لیتر EDTA برای تیتر کردن نیاز داشته باشد و آنرا در داخل ارلن ریخته و به آن ۱-۲ میلی لیتر بافر آمونیاکال در زیر هود ریخته تا pH به ۱۰ برسد معمولاً ۱ میلی لیتر بافر pH مورد نظر را تأمین می‌کند، سپس ۰/۲ تا ۰/۱ گرم معرف اریو کرم بلک تی به آن افزوده و رنگ قرمز ایجاد شده را با محلول EDTA ۰/۰۱ مول تیتر تا پیدایش رنگ آبی ادامه می‌دهیم (نقطه پایانی). عمل تیتراسیون را در عرض ۵ دقیقه از زمان افزایش بافر انجام می‌دهیم و از روی حجم EDTA مصرفی طبق فرمول زیر سختی کل را محاسبه می‌کنیم:

$$\text{mgCaCO}_3 / \text{L} = \frac{V * F * 1000}{\text{میلیلیتر نمونه}} \text{ سختی کل}$$

V-حجم EDTA مصرفی برای نمونه

F-فاکتور EDTA = mgcaco3 برابر با 1mil EDTA

در آزمایش سختی در pH آزمایش ارتو فسفات کلسیم را رسوب می‌کند و استرانسیوم و باریم سبب تداخل مثبت می‌شوند و قلبانیت بیشتر از ۳۰۰ میلیگرم در لیتر سبب ایجاد نقطه پایانی نا مشخص و خطا در آبهای سخت می‌شوند.

سختی کلسیم

بحث کلی: کلسیم و منیزیم قسمت عمده سختی آب را تشکیل می‌دهند. کلسیم بصورت آهک یا هیدروکسید کلسیم در عملیات سبک کردن آب و برای کنترل خوردگی آب از طریق تصحیح pH آن بکار می‌رود.

آب مورد آزمایش باید عاری از رنگ و کدورت باشد، این عوامل می‌توانند بر روی واکنش معرف تأثیر بگذارند. خوشبختانه موادی که می‌توانند در این آزمایش ایجاد خطا نمایند، بندرت در آبهای

اشامیدنی یافت می شوند . باریم ، استرانیوم ، آلومینیم ، سرب ، قلع ، روی ، منگنز و آهن اگر به مقدار کافی در آب وجود داشته باشند می توانند بر روی نتایج آزمایش تأثیر بگذارند . وجود قلیائیت به میزانی بیش از ۳۰۰ میلی گرم در لیتر بر حسب کربنات کلسیم CO_3Ca سب ایجاد نقطه پایانی نامشخص می شود .

تجهیزات مورد نیاز

ترازوی حساس الکتریکی ، pH متر ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

- ۱- محلول هیدروکسید سدیم یک نرمال
- ۲- محلول تیتراسیون EDTA ۰/۰۱۰ مولار
- ۳- معرف مور اکسید : ۱۰۰ گرم کلرور سدیم و ۰/۲ گرم مور اکسید را در یک هاون چینی مخلوط و به خوبی سائیده تا اینکه رنگ قرمز بطور یکنواخت در رنگ سفید منتشر شود و در یک ظرف مناسب در بسته نگهداری نمایید .

روش آزمون : ۵۰ میلی لیتر نمونه یا قسمت رقیق شده تا ۵۰ میلی لیتر را داخل یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و توسط ۲ میلی لیتر هیدروکسید سدیم نرمال pH را به حدود ۱۲-۱۳ برسانید و با اسپاتول ۰/۲ - ۱- ۰/۱ گرم معرف مور اکسید به آن بیفزائید بعد از افزودن معرف به نمونه رنگ صورتی ایجاد می شود ، سپس با EDTA تا ظهور رنگ بنفش (نقطه پایانی) تیترا و حجم EDTA مصرفی را یادداشت نمایید . (به علت pH بالا بلافاصله بعد از اضافه کردن معرف اندیکاتور بعلت ناپایداری آن در محیط قلیایی باید سریعاً تیترا شود .)

$$\text{میلی لیتر یون کلسیم در لیتر} = \frac{A \cdot B \cdot 400 / 8}{\text{میلی لیتر نمونه}}$$

$$CO_3Ca \text{ بر حسب کلسیم سختی در لیتر} = \frac{A \cdot B \cdot 1000}{\text{میلی لیتر نمونه}}$$

B: نر مالیته EDTA مصرفی

۱ میلی لیتر EDTA = یک میلی گرم CO_3Ca

میلی گرم در لیتر یون کلسیم = 0.4008 * سختی کلسیم برحسب میلی گرم در لیتر CaCO_3

سختی منیزیم

با توجه به اینکه سختی کل عبارتست از مجموع سختی کلسیم و سختی منیزیم ، بنابراین با داشتن سختی کل و سختی کلسیم سختی منیزیم بطریق زیر محاسبه می شود :

سختی کلسیم mgCaCO_3/L - سختی کل برحسب mgCaCO_3/L = سختی منیزیم برحسب mgCaCO_3/L

رابطه فوق در صورتی برقرار است که حجم نمونه برداشت شده برای سختی کل با حجم نمونه برداشت شده برای سختی کلسیم با هم برابر باشد.

میلی گرم در لیتر یون منیزیم = 2.44 / * سختی منیزیم برحسب $\text{mg CaCO}_3/\text{L}$

سختی دائم

۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب را به مدت نیم ساعت به آرامی بجوشانید سپس خنک کرده و پس از صاف کردن در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری با اب مقطر به حجم برسانید و همانند روش سختی کل انجام میدهم ، نتیجه بدست آمده برابر سختی دائم است .

قلیائیت

عبارت است از ظرفیت کمی واکنش آب با یک اسید قوی و یا به عبارتی توان آب برای پذیرفتن پروتونها می باشد . عموماً یونهای هیدروکسید ، کربنات ، بیکربنات و نمک اسیدهای ضعیف از عوامل مهم ایجاد کننده قلیائیت آب می باشند . آزمایش قلیائیت نتایجی را که در محاسبه مقدار مواد شیمیایی جهت عمل انعقاد و سبک نمودن آب لازم می باشد ارائه می دهد. قلیائیت بیش از حد فلزات قلیایی خاکی در تعیین کیفیت آب برای کشاورزی مناسب است. اندازه گیری قلیائیت در تفسیر و کنترل مراحل تصفیه آب و فاضلاب کاربرد دارد.

قلیائیت را با روش تیتراسیون وبا استفاده از يك اسید قوي مانند اسید کلریدريك، یا اسید سولفوریک اندازه گیری می نماییم .

این روش برای تیتراسیون آبهای که حاوی هیدروکسید ، کربنات ، یا بیکربناتهای قلیایی هستند مناسب می باشد . آب مورد آزمایش بایستی عاری از رنگ و کدورت باشد

نمونه برداري : حداقل ۲۰۰ میلی لیتر نمونه در ظروف شیشه ای یا پلی اتیلنی نمونه برداري وحتی الامکان بدون تأخیر جهت آزمون به آزمایشگاه منتقل شود ویا در ۴ درجه سانتیگراد به مدت ۲۴ ساعت تا زمان آزمایش نگهداري نمود .

تجهيزات مورد نیاز

pH متر ، ترازوي حساس الكتريكي ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- محلول کربنات سدیم ۵ /۰ نرمال : ۳ تا ۵ گرم کربنات سدیم را در حرارت ۲۵۰ درجه سانتیگراد برای مدت ۴ ساعت قرار می دهیم سپس آنرا در دسیکاتور خنک کرده و مقدار $\pm 0/2$ گرم کربنات سدیم را وزن کرده و به حجم یک لیتر رسانده این محلول را بیشتر از یک هفته نباید نگه داشت این محلول را با اسید سولفوریک استاندارد می کنیم

(۴۰ میلی لیتر کربنات سدیم /۰۵ نرمال) + (۶۰ میلی لیتر آب مقطر) را با اسید سولفوریک ویا اسید کلریدريك ۰/۱ نرمال تا pH برابر ۵ با استفاده از تیترا تور، تیترمی کنیم ، بعد از این مرحله روی آن شیشه ساعت گذاشته و برای ۳ تا ۵ دقیقه می جوشانیم و تا pH مورد نظر تیترا می کنیم واز فرمول زیر نر مالیته انرا معلوم می کنیم

$$\text{نرمالیتة کربنات سدیم} = \frac{A*B}{53*C}$$

A کربنات سدیم وزن شده در یک لیتر

B کربنات سدیم برداشته شده برای تیتراسیون

C = میلی لیتر اسید مصرفی

۵ میلیگرم کربنات سدیم = 1mil اسید ۰/۱ نرمال

۲- اسید سولفوریک یا اسید کلریدریک ۰/۰۲ نرمال : به روش زیر تهیه مینمایم :

۲۰۰ میلی لیتر اسید سولفوریک یا کلریدریک ۰/۱ نرمال را به حجم یک لیتر رسانده وبا محلول کربنات سدیم ۰/۰۵ نرمال استاندارد می کنیم

اسید سولفوریک را با محلول کربنات سدیم استاندارد می کنیم و برای تعیین نرمالیته آن ۱۵ میلی لیتر کربنات سدیم ۰/۰۵ نرمال را به طریقه پتانسیومتری تیتر میکنیم
یک میلی گرم کربنات کلسیم = یک میلی لیتر اسید

۳- فنل فتالین که به دوروش زیر می توان تهیه نمود:

۵- گرم نمک دی سدیم فنل فتالین را در آب مقطر حل کرده وبه حجم یک لیتر می رسانید

۵- گرم نمک دی سدیم فنل فتالین را در ۵۰۰ میلی لیتر اتیل الکل ۹۵ درصد حل کرده وبه حجم یک لیتر می رسانید

۴- متیل اورانژ : ۰/۵ گرم متیل اورانژ را در آب مقطر حل کرده وبه حجم یک لیتر می رسانید.

روش آزمون

با توجه به حدود قلیائیت مقدار مناسبی از نمونه آب را در یک ارلن ۲۵۰ ریخته و به آن چند قطره معرف فنل فتالین اضافه می کنیم چنانچه رنگ صورتی ظاهرشد ($\text{pH} > 8/3$) با اسید ۰/۰۲ نرمال تا بیرنگ شدن محلول ادامه داده مقدار اسید مصرفی را یادداشت می کنیم (قلیائیت موقت یا فنل فتالین) . چنانچه بعد از ریختن فنل فتالین هیچ تغییر رنگی ایجاد نشد ، قلیائیت فنل فتالین صفر گزارش می شود. برروی محلول فوق ۲-۳ قطره معرف متیل اورانژ اضافه نموده و تیتراسیون را تا تغییر رنگ از زرد به نارنجی (نقطه پایانی) ادامه دهید pH نقطه پایانی برابر ۴/۳ می باشد . به جای متیل اورانژ می توان از برموزول گرین نیز استفاده نمود .

$$\frac{A \cdot N \cdot 50000}{\text{حجم نمونه}} = \text{قلیائیت فنل فتالین برحسب میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم}$$

$$\frac{A1 \cdot N \cdot 50000}{\text{حجم نمونه}} = \text{قلیائیت متیل اورانژ برحسب میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم}$$

N نرمالینه اسید سولفوریک

A حجم اسید مصرفی برای قلیائیت فنل فتالین

A₁ مجموع حجم اسید مصرفی برای فنل فتالین و متیل ارانژ

یک بلانک از آب مقطر نیز تهیه نموده و همانند روش قلیائیت فنل فتالین و قلیائیت کل عمل می نمایم

جدول زیر ارتباط قلیائیت با استفاده از نتایج تیتراسیون را نشان می دهد.

قلیائیت با استفاده از نتایج تیتراسیون			
قلیائیت بر حسب میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم			نتیجه تیتراسیون
بیکربنات	کربنات	هیدروکسید	
T	0	0	P=0
T-2P	2P	0	P<1/2T
0	2P	0	P=1/2T
0	2T-2P	2P-T	P>1/2T
0	0	T	P=T

P : قلیائیت فنل فتالین

T : قلیائیت کل (متیل ارانژ)

جدول pH نقطه انتهایی

pH نقطه انتهایی		آزمایش
قلیائیت فنل فتالین	قلیائیت کل	
قلیائیت بر حسب میلی‌گرم در لیتر کربنات کلسیم		
۸/۳	۴/۹	۳۰
۸/۳	۴/۶	۱۵۰
۸/۳	۴/۳	۵۰۰
۸/۳	۴/۵	سیلیکاتها، فسفاتها
۸/۳	۴/۵	فاضلابهای صنعتی

کلرور

کلرور به شکل آنیون Cl^- یکی از آنیونهای اصلی در آب می باشد و در آب آشامیدنی مزه شوری تولید شده بوسیله یون کلرید متغیر وبستگی به ترکیبات شیمیایی آب دارد مثلا در آبهای شامل ۲۵۰ میلی گرم یون کلرید چنانکه کاتیون غالب سدیم با شد مزه شوری قابل تشخیص می باشد ولی در صورتیکه در آبهای با کاتیونهای غالب یونهای کلسیم و منیزیم کلرور با غلظت بیش از ۱۰۰۰ میلی گرم فاقد مزه شوری می باشد .

یکی از رایج ترین روشها برای اندازه گیری کلرید ، روش آرژانتومتري میباشد کلرور در آبهای خنثی یا کمی قلیایی در حضور معرف کرمات پتاسیم با نیترات نقره واکنشی می دهد که نقطه پایانی آن با تشکیل کرمات نقره قرمز رنگ مشخص می شود .

تداخلات : عناصر معمولا در مقداری که در آبهای آشامیدنی یافت می شوند تداخل نمی کنند ولی یونهای برمید ، یدور ، و سیانید در غلظتهای برابر با کلرور مداخله می کنند. تداخلات مربوط به سولفید ، تیوسولفات و سولفیت را می توان بوسیله تصفیه نمونه با هیدروژن پراکسید برطرف نمود.

ارتوفسفات به مقدار بیشتر از ۲۵ میلی گرم در لیتر به شکل فسفات نقره و آهن با غلظت بیشتر از ۱۰ میلی گرم در لیتر بوسیله نامشخص کردن نقطه پایانی دخالت می کنند.

نمونه برداری و نگهداری: نمونه ها را در ظروف شیشه ای یا پلاستیکی تمیز و مقاوم به مواد شیمیایی جمع آوری می نماییم حجم مورد نیاز ۱۰۰ میلی لیتر و چنانکه نمونه خوب نگهداری شود نگهدارنده خاصی نیاز ندارند.

آب مورد آزمایش باید عاری از رنگ و کدورت باشد. pH نمونه باید خنثی یا بطور جزئی قلیایی و در محدوده ۷-۱۰ باشد اگر pH در این محدوده نبود، قبل از تیتراسیون باید با اسیدی کردن یا قلیایی نمودن نمونه آنرا در رنج pH مورد نظر جهت آزمایش تنظیم نمود

تجهیزات مورد نیاز

ترازوی حساس الکتریکی، pH متر، وسایل فیلتراسیون، و سلول شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- معرف کرمات پتاسیم: ۵۰ گرم کرمات پتاسیم را در کمی آب مقطر حل کرده و به آن محلول نیترات نقره افزوده تا رسوب قرمز رنگ کرومات نقره تشکیل شود محلول را به مدت ۱۲ ساعت ساکن قرار داده، سپس آنرا صاف و تا یک لیتر رقیق می کنیم

۲- محلول نیترات نقره ۰/۰۱۴۱ نرمال ۲/۳۹۵ گرم نیترات نقره را در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید و با محلول کلرور سدیم ۰/۰۱۴۱ نرمال استاندارد آنرا استاندارد نمایید. (این محلول را در شیشه قهوه ای رنگ نگهداری شود) .

۳- محلول کلرور سدیم استاندارد ۰/۰۱۴۱ نرمال: ۸۲۴ میلی گرم کلرور سدیم را (خشک شده در ۱۴۰ درجه سانتیگراد) در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید .

۴- فنل فتالین

۵- هیدرکسید سدیم نرمال

۶- اسید سولفوریک نرمال

۷- پراکسید هیدروژن ۳۰%

۸- معرف مخصوص جدا کردن تداخلات (رنگ)

۹- سوسپانسیون آلومینیم هیدروکسید : ۱۲۵ گرم آلومینیم پتاسیم سولفات یا آلومینیم آمونیم سولفات را در یک لیتر آب مقطر حل نموده و تا ۶۰ درجه گرم کرده و به آرامی ۵۵ میلی لیتر هیدروکسید آمونیم غلیظ (NH_4OH) را در حین چرخاندن به آن افزوده و در حدود یک ساعت می گذاریم بماند سپس آن را به یک بطری بزرگ انتقال داده و رسوب را با مقدار فراوان آب مقطر شستشو داده تا عاری از کلرید شود . سوسپانسیون وقتی تازه تهیه شده باشد تقریباً یک لیتر حجم دارد .

روش آزمون

۱۰۰ میلی لیتر نمونه یا یک قسمت رقیق شده تا ۱۰۰ میلی لیتر را داخل ارلن ریخته اگر رنگ داشته باشد ۳ میلی لیتر سوسپانسیون $\text{Al}(\text{OH})_3$ ریخته مخلوط می کنیم و میگذاریم مدتی بماند بعد صاف می کنیم .

در صورت وجود سولفید ، سولفیت و تیوسولفات ۱ میلی لیتر آب اکسیژنه ۳۰٪ افزوده و سپس نمونه را در رنج pH ۷-۱۰ با نیترات نقره تیترو می کنیم ، در صورت لزوم از اسید سولفوریک یا هیدروکسید سدیم برای تنظیم pH استفاده شود ، (ترجیحاً با استفاده از یک PH متر) ، بعد از آماده شدن نمونه ۱ میلی لیتر کرمات پتاسیم به آن افزوده و با نیترات نقره تیترو نمایید . تیتراسیون را تا ظهور رنگ صورتی زرد که نقطه پایانی واکنش است ادامه دهید .

محاسبه :

$$\text{میلیگرم در لیتر یون کلر در لیتر} = \frac{(A-B) \cdot N \cdot 35450}{\text{میلیلیتر نمونه}}$$

A : نیترات نقره مصرفی برای نمونه

B : نیترات نقره مصرفی برای شاهد

N : نرمالیه نیترات نقره

۱/۶۵ * میلی گرم در لیتر یون کلر در لیتر = میلی گرم در لیتر کلرور سدیم در لیتر

سولفات

سولفات بطور وسیعی در طبیعت پراکنده است و غلظت آن در آبها از مقادیر جزئی تا چند صد میلیگرم در لیتر می رسد . سولفاتهای کلسیم و منیزیم در آب با عث افزایش سختی در آب می شوند . از زهکش فاضلاب معادن مقدار قابل توجهی سولفات از طریق اکسیداسیون پیریت وارد آب می شود سولفات سدیم و منیزیم بعنوان مسهل بکار می روند

نمونه برداری و نگهداری نمونه : در حضور مواد آلی باکتریهای معینی ممکن است SO_4^{2-} را به S^{2-} کاهش دهند که برای جلوگیری از این تغییرات ، باید نمونه های آلوده در حرارت پایین ۴ درجه سانتیگراد نگهداری شوند .

سولفات با روش گراویمتری ، تیتریمتری و توربیدیمتری که بر اساس تشکیل رسوب سولفات باریم می باشد قابل اندازه گیری است .

رنگ یا ذرات معلق به مقدار زیاد تداخل ایجاد می کنند که بوسیله فیلترسیون می توان ذرات معلق را صاف و جدا نمود ولی چنانکه سیلیس و مواد آلی به مقدار زیاد باشند ممکن است سولفات با موفقیت رسوب نکند

یکی از رایج ترین روشها روش توربیدیمتری است که برای رنج سولفات از ۱-۴۰ میلی گرم در لیتر سولفات مناسب می باشد .

یون سولفات در محیط اسیدی بوسیله کلرور باریم به شکل سولفات باریم نامحلول در می آید و میزان نور جذب شده توسط محلول سوسپانسیون سولفات باریم اندازه گیری وبا استفاده از منحنی استاندارد غلظت سولفات قابل محاسبه می باشد .

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفتومتر ، ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- محلول بافر A - ۳۰ گرم کلرید منیزیم $MgCl_2 \cdot 6H_2O$ ، ۵ گرم سدیم استات $CH_3COONa \cdot 3H_2O$ ، ۱ گرم نیترات پتاسیم KNO_3 و ۲۰ میلی لیتر استیک اسید ۹۹% را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و تا یک لیتر رقیق می کنیم .

۲- محلول بافر B - (وقتی سولفات کمتر از ۱۰ میلی‌گرم باشد) ۳۰ گرم کلرید منیزیم ۶ آبه ، ۵گرم استات سدیم ۳ آبه ، ۱ گرم نیترات پتاسیم ۰/۱۱۱ گرم سدیم سولفات و ۲۰ میلی لیتر اسید استیک ۹۹% را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و تا یک لیتر رقیق می کنیم .

۳- کریستال کلرور باریم :

۴- محلول استاندارد سولفات ، که به دو روش زیر تهیه می شود : $1 \text{ mil} = 100 \mu\text{g SO}_4$

-۴/۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال را به حجم ۱۰۰ میلی لیتر میرسانیم.

-۹/۱۴۷ میلی گرم سولفات سدیم بدون آب را در مقداری آب مقطر حل کرده و تا حجم یک لیتر رقیق کنید.

-محلولهای استاندارد از ۵ تا ۴۰ میلی گرم در لیتر سولفات را از محلولهای استاندارد فوق تهیه نموده و پس از افزودن بافر و کلرور باریم میزان جذب را در طول موج ۴۲۰ نانو متر با استفاده از اسپکتروفتومتر قرائت و یک منحنی استاندارد با توجه به غلظت استانداردها رسم نمایید.

روش آزمون

۱۰۰ میلی لیتر نمونه یا یک قسمت رقیق شده تا ۱۰۰ میلی لیتر را داخل ارلن ۲۵۰ میلی لیتری ریخته و به آن ۲۰ میلی لیتر محلول بافر + یک قاشق چایخوری کلرور باریم (در حدود یک گرم) ریخته و با استفاده از یک همزن الکتریکی به مدت یک دقیقه همزدن را ادامه می دهیم و میزان جذب نمونه ها را در عرض ۵ دقیقه ($\pm 0/5$ دقیقه) توسط اسپکتروفتومتر در طول موج ۴۲۰ قرائت و یادداشت نمایید.

با استفاده از منحنی استاندارد غلظت نمونه های مجهول را با توجه به جذب آنها از روی فرمول زیر محاسبه می نمایم

$$\text{mg SO}_4^{2-} / \text{L} = \frac{\text{mgSO}_4 * 1000}{\text{میلیلیتر نمونه}}$$

تصحیح برای رنگ و کدورت نمونه : متناسب با غلظت سولفات در نمونه عمل تصحیح را با بلانک هایی که فاقد کلرورباریم است انجام می دهیم . اگر بافر A را استفاده کنیم جذب نمونه را از جذب بلانک بدون Cl_2Ba کم نموده ولی اگر از بافر B استفاده کنیم جذب نمونه را از جذب بلانک با افزودن کلرورباریم کم نموده و روی منحنی می بریم .

نیترات

نیترات از جمله عوامل آلاینده منابع آبهای زیر زمینی محسوب می شوند که در سالهای اخیر به لحاظ گسترش کشاورزی و فعالیتهای انسانی میزان متوسط آنها در آبهای زیر زمینی رو به افزایش می باشد انحلال رسوبات طبیعی حاوی نیترات در آب ، تجزیه گیاهان ، فضولات حیوانی ، زباله های شهری ، کودهای نیترات دار و فاضلابهای خانگی از جمله منابع ورود نیترات به آبهای سطحی می باشند ، وجود ترکیباته ازته به میزان بالاتر از حد مجاز آنها در آب اعلام خطری است در مورد وجود آلودگیها و میکروبیهای بیماریزا . مقدار نیتراتها که آخرین مرحله اکسیداسیون ترکیبات ازته هستند در آب آشامیدنی نباید از ۵۰ میلی گرم در لیتر برحسب یون NO_3 بیشتر باشد

نمونه برداری و نگهداری نمونه : نمونه های نیترات بلافاصله بعد از نمونه برداری باید تعیین مقدار شوند . در غیر این صورت اگر نگهداری نیاز داشته باشد برای تا ۲ روز در ۴ درجه سانتیگراد باید نگهداری شوند . نمونه های ضد عفونی شده برای بیشتر از (حد اقل ۱۴ روز) بدون اسید پایدار هستند . اگر نیتريت وجود داشته باشد اسیدی کردن نمونه سبب تبدیل نامتجانس نیتريت به نیترات و اکسید ازت (NO) می شود . NO می تواند اکسیده و هیدرولیز و به نیترات تبدیل شود ، در نتیجه مقدار نیترات ممکن است مجموع نیترات و نیتريت باشد بنا بر این نباید نمونه ها برای تشخیص نیترات اسیدی شوند .

برای اندازه گیری نیترات روشهای متعددی وجود دارد که رایجترین آن روش اولترا ویوله (UV) میباشد . این روش برای آبهای غیر آلوده و آبهایی که مواد آلی آن کم می باشد مناسب است . ذرات معلق در آب را توسط فیلتراسیون حذف کنید مواد آلی ، سور فاکتانها ، کرم شش ظرفیتی

ویونهای غیر آلی مانند کلریت ، کلرات که معمولاً در آبهای طبیعی یافت نمی شوند ممکن است سبب تداخل شوند .

در روش اولترا ویوله میزان جذب نیترات در ۲۲۰ نانومتر اندازه گیری می کنند .

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفنومتر UV ، ترازوی حساس ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- محلول استوک نیترات : نیترات پتاسیم را در حرارت ۱۰۵ درجه سانتی گراد به مدت ۲۴ ساعت خشک نموده و ۰/۷۲۱۸ گرم آنرا در آب مقطر حل و تا یک لیتر رقیق کنید و به آن ۲ میلی لیتر کلر فرم افزوده این محلول برای مدت حد اقل ۶ ماه پایدار است . ($1\text{mil}=100\ \mu\text{g N-NO}_3$)

محلول استاندارد نیترات : ۵۰ میلی لیتر محلول استوک را تا ۵۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق می کنیم $1\text{mil}=10\mu\text{gNO}_3 - \text{N}$

۲- اسید کلرید ریک نرمال

روش آزمون اگر لازم بود نمونه صاف شود ، آنرا صاف و سپس به ۵۰ میلی لیتر از نمونه و ۵۰ میلی لیتر استانداردهای صفر تا ۷ میلی گرم در لیتر $\text{NO}_3\text{-N}$ یک میلی لیتر اسید کلرید ریک اضافه کرده (اسیدی کردن نمونه با اسید کلرید ریک از تداخلات مربوط به هیدروکسید یا کربنات تا ۱۰۰۰۰ میلی گرم $\text{mg CaCO}_3/\text{L}$ جلوگیری میکند) . و در طول موج ۲۲۰ نانومتر در مقابل بلانک (آب مقطر) میزان جذب را قرائت کنید و در مرحله بعد میزان جذب در ۲۷۵ نانومتر جذب مربوط به تداخلات مواد آلی حل شده را قرائت کرده جذب در ۲۷۵ نانومتر نباید بیش از ۱۰٪ جذب در ۲۲۰ نانومتر باشد .

محاسبه : جذب مربوط به طول موج ۲۷۵ نانومتر را دو برابر نمایید و در صورتی که این رقم از ده درصد جذب در طول موج ۲۲۰ نانومتر بیشتر نباشد مقدار آن را از جذب در طول موج ۲۲۰ نانومتر کم نموده تا جذب نهایی بدست آید و از روی منحنی استاندارد جذب شده غلظت نیترات را بدست می آوریم .

در صورتیکه مقدار تصحیح بیشتر از ۱۰٪ جذب در ۲۲۰ نانومتر باشد این روش را نباید استفاده کرد .

نیتريت

نیتريت از جمله ترکیبات آلاینده ازت داراست ، نیتريت در آب با روش کالریمتری با تشکیل رنگ ارغوانی مایل به قرمز آزو در pH ۲ تا ۲/۵ در حضور محلولهاي: دي آزو تازید سولفانيل آميد و N-(۱-نفنيل) -اتيلن دي آمين دي هیدروکلراید تعیین مقدار میشود. در روش اسپکتروفتومتری نیتريت در رنج ($10 - 1000 \mu\text{grNO}_2\text{-N/l}$) در ۵۴۳ نانومتر بر حسب لزت قابل اندازه گیری مي باشد

غلظتهای با لای نیتريت را می توان با رقیق کردن نمونه انجام داد در اندازه گیری نیتريت تداخلات کلر آزاد ، تری کلرید نیتروژن ، و یونهای زیر بعلت رسوب تحت شرایط آزمایش شامل: طلا ، بیسموت ، آهن ، سرب ، جیوه ، نقره ، هگزا کلرو پلاتینات متا وانادات و یون کوپریک مزاحم و باید حذف شوند . در صورت وجود ذرات معلق بوسیله فیلتراسیون با کاغذ صافی ۰/۴۵ میکرومتر میتوان آنها را جدا نمود .

نمونه برداري و نگهداری نمونه : نمونه هایی که برای نیتريت باید آنالیز شوند نباید جهت نگهداری اسیدی نمود و تعیین مقدار روی نمونه ها باید سریع و بیدرنگ انجام شود تا از تبدیل باکتر یایی نیتريت به نیترات و آمونیاک جلوگیری شود، برای نگهداری کوتاه مدت ۱ تا ۲ روز نمونه در ۲۰ – درجه سانتیگراد فریزر، و یا در یخچال در ۴ درجه سانتیگراد نگهداری شوند . بهتر است نمونه ها در شرایط استریل و ظروف قهوه ای استریل نمونه برداری شوند .

تجهيزات مورد نیاز

اسپکتروفتومتر ، ترازوي حساس الكتريكي ، وسایل شیشه اي مورد نیاز

معرفها

۱- معرف سولفانيل آميد : ۵ گرم سولفانيل آميد را در مخلوط ۵۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ و ۳۰۰ میلی لیتر آب عاری از نیتريت حل نموده و تا ۵۰۰ میلی لیتر به حجم می رسانیم این محلول چندین ماه پایدار است .

۲- محلول N - (۱- نفتیل) - اتیلن دی آمین هیدرو کلراید : ۰/۵ گرم ترکیب فوق را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از نیتریت حل نموده و در بطریهای تیره رنگ نگهداری می کنیم

۲** (معرفات ۱ و ۲ را میتوان بصورت زیر نیز تهیه نمود : به ۸۰۰ میلی لیتر آب مقطر ، ۱۰۰ میلی لیتر اسید فسفریک ۸۵٪ و ۱۰ گرم سولفانیل آمید اضافه می کنیم بعد از اینکه سولفانیل آمید کاملاً حل شد به آن ۱ گرم N - (۱- نفتیل) - اتیلن دی آمین دی هیدرو کلراید اضافه کرده مخلوط کرده تا کاملاً حل شود سپس به حجم یک لیتر می رسانیم)

۳- اسید کلریدریک به نسبت ۱ به ۳ رقیق شود (یک قسمت اسید + ۳ قسمت آب) .

۴- اکسالات سدیم ۰/۰۵ نرمال : ۳/۳۵ گرم اکسالات سدیم را به حجم یک لیتر برسانید.

۵- فرو آمونیم سولفات ۰/۰۵ نرمال : ۱۹/۶۰۷ گرم فرو آمونیم سولفات ۶ آبه + ۲۰CC اسید سولفوریک غلیظ در آب حل کرده و تا یک لیتر رقیق می کنیم .

۶- تهیه محلول استوک نیتریت : ۱/۲۳۲ گرم نیتریت سدیم را در آب مقطر حل می کنیم و تا یک لیتر رقیق می کنیم $1 \text{ mil} = 250 \mu\text{gN-NO}_2^-$ (محلول استاندارد ۲۵۰ پی پی ام) و با ۱ میلی لیتر کلروفرم آنرا ذخیره می کنیم.

۷- تهیه محلول استاندارد حد واسط : ۵۰ میلی لیتر از محلول استوک فوق را به حجم ۲۵۰ رسانده $1 \text{ mil} = 50 \mu\text{g -NO}_2^-$ (محلول استاندارد ۵۰ پی پی ام)

۸- محلولهای استاندارد کار نیتریت : ۱۰ میلی لیتر از محلول استاندارد ۵۰ ppm نیتریت را به حجم یک لیتر برسانید (محلول ۵۰۰ میکروگرم در لیتر) از محلول فوق یک سری استاندارد از صفر تا ۲۵ میکروگرم در لیتر (۰-۲۵ میکروگرم در لیتر) تهیه نمایید . این استانداردها باید روزانه تهیه شود .

روش آزمون : به ۵۰ میلی لیتر از نمونه یا یک قسمت رقیق شده تا ۵۰ میلی لیتر (اگر نمونه دارای جامدات معلق باشد آنرا صاف نموده و چنانچه pH بین ۵-۹ نمی باشد با استفاده از اسید کلریدریک یا آمونیاک نرمال آنرا تنظیم کنید) ، ۲ میلی لیتر معرف افزوده (یک میلی لیتر محلول سولفانیل آمید ۲ تا ۸ دقیقه صبر کرده و سپس یک میلی لیتر محلول N - (۱- نفتیل) - اتیلن دی آمین دی هیدروکلراید افزوده) ، مخلوط می کنیم و در عرض ۱۰ دقیقه تا ۲ ساعت (بیشتر از ۲ ساعت نشود

(بعد از افزودن معرف رنگی به نمونه و استانداردها با استفاده از اسپکتروفتومتر میزان جذب را در ۵۴۳ نانومتر در مقابل شاهد آب مقطر قرائت کرده و یادداشت نمایید.

تذکر: در صورتیکه معرف رنگی مطابق با ردیف ۲** تهیه شود بعد از آماده سازی نمونه ۲ میلی لیتر از محلول مذکور به آن بیافزایید.

محاسبه: با رسم منحنی استاندارد غلظت نمونه های مجهول را از روی منحنی محاسبه نمایید.

آمونیاک

آمونیاک در آبهای سطحی در غلظتی کمتر یا مساوی ۰/۱ میلی گرم در لیتر برحسب ازت ممکن است یافت شود، و غلظتهای بالاتر از آن نشان دهنده آلوده شدن آب به وسیله فاضلاب شهری یا پساب صنعتی است.

نمونه برداری: نتایج قابل قبول بر روی نمونه های تازه حاصل می شود. اگر نمونه ها در عرض ۲۴ ساعت از جمع آوری آزمایش شوند نمونه ها را در یخچال در 4°C قرار دهید. برای نگهداری طولانی مدت تا ۲۸ روز نمونه را در فریزر در دمای -20 درجه بدون اسیدی کردن و یا با اسیدی کردن نمونه تا $\text{pH} < 2$ در یخچال نگهداری نمایید. اگر نمونه را با اسید، اسیدی نمودید قبل از آماده سازی نمونه با NaOH یا KOH آنرا خنثی کنید.

اگرچه اسیدی کردن برای بعضی نمونه ها مناسب است ولی در نمونه های صاف نشده وقتی که آمونیم وجود دارد تداخلاتی را ایجاد مینماید.

یکی از فاکتورهای مهم در انتخاب روش برای اندازه گیری آمونیاک غلظت و حضور دخالت کننده هاست. بطور کلی تعیین مقدار مستقیم غلظت های پایین آمونیاک برای آب آشامیدنی، آبهای زیر زمینی و آبهای سطحی تمیز می باشد و از طرف دیگر در جایی که تداخل کننده ها وجود دارند برای اندازه گیری نیاز به تقطیر دارد.

انتخاب روش: روشهای متعددی برای اندازه گیری آمونیاک وجود دارد که در اینجا روش فنات ارائه می گردد.

اساس روش : در این روش رنگ آبی شدید به وسیله واکنش بین آمونیاک و هیپو کلریت و فنل که به وسیله کاتالیزور سدیم نیتروپروساید ایجاد می شود با روش رنگ سنجی قابل اندازه گیری است

تداخلات : در pH های بالاتر تداخلات مربوط به کمپلکسهای منیزیم و کلسیم که به وسیله رسوب کردن در pH بالا ایجاد می شوند با سیترات حذف می گردد و سایر فرم های سه ظرفیتی نیتروژن تداخل ندارند . تداخلات مربوط به کدورت را با تقطیر یا فیلتراسیون جدا می کنیم . و چنانکه در نمونه سولفید هیدروژن وجود داشته باشد با اسیدی کردن آن تا pH برابر ۳ با HCl رقیق و هوادهی شدید، تا خارج شدن بوی سولفید، تا آنجا که دیگر تشخیص داده نشود ، تا رفع مزاحمت ادامه می دهیم.

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفتومتر ، ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل تیتراسیون ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- محلول فنل : ۱۱/۱ میلی لیتر فنل مایع ($\geq 89\%$) را با اتیل الکل ۹۵% مخلوط می کنیم تا حجم نهایی ۱۰۰ میلی لیتر شود . (هفتگی تهیه شود) .

توجه : وقتی فنل جا به جا می شود از دستکش ، ماسک و عینک محافظ چشم استفاده کنید همچنین برای به حداقل رساندن مخاطرات ناشی از این ترکیب فرار باید از تهویه خوب استفاده نماییم .

۲- سدیم نیتروپروساید ۵% W/V : ۰/۵ گرم سدیم نیتروپروساید را در ۱۰۰ میلی لیتر آب عاری از یون حل کرده و در بطریهای قهوه ای برای مدت یکماه نگهداری می کنیم .

۳- سیترات قلیایی : ۲۰۰ گرم سیترات تری سدیم و ۱۰ گرم هیدروکسید سدیم را در آب مقطر حل و تا یک لیتر رقیق می کنیم .

۴- سدیم هیپوکلریت : محلول تجارتي ۵% این محلول به آرامی تجزیه می شود اگر مهر و موم در بطری شکسته شود ، این محلول به آرامی تجزیه می شود . هر دو ماه یکبار این محلول باید جایگزین شود.

۵- محلول اکسید کننده : ۱۰۰ میلی لیتر محلول سیترات قلیایی را با ۲۵ میلی لیتر هیپو کلریت مخلوط نمایید ، این مخلوط روزانه تهیه شود .

۶- محلول استوک آمونیاک (محلول ۱۰۰۰ پی پی ام) : ۳/۸۱۹ گرم کلرور آمونیم بدون آب را (خشک شده در ۱۰۰ درجه سانتیگراد) در آب حل کرده و تا ۱۰۰۰ میلی لیتر رقیق می کنیم.

$$1\text{mil}=1\text{milN}=1/22\text{mgNH}_3$$

۷- محلول استاندارد کار : برای تهیه محلول های استاندارد آمونیم از محلول استوک یک استاندارد دکار

با غلظت ۱۰ پی پی ام تهیه نمایید . (۱۰ میلی لیتر از محلول استوک را به حجم یک لیتر میرسانیم)

روش : در یک ارلن ۵۰ میلی لیتری ۲۵ میلی لیتر نمونه اضافه کنید ، سپس ۱ میلی لیتر محلول فنل ، ۱ میلی لیتر سدیم نیتروپروساید ، و ۲/۵ میلی لیتر محلول اکسید کننده افزوده و بعد از هر افزودن مخلوط نموده در نمونه ها را با در پوش پلاستیکی یا نوار پارا فیلم بپوشانید و در حرارت اتاق (۲۲ تا ۲۷ درجه سانتیگراد) در روشنایی ملایم به مدت یک ساعت برای توسعه رنگ قرار دهید . رنگ برای مدت ۲۴ ساعت پایدار است . میزان جذب را در ۶۴۰ نانومتر اندازه گیری می کنیم

یک بلانک و حد اقل دو استاندارد از محلول استاندارد کار در رنج غلظت نمونه ها تهیه کنید . استاندارد ها را مانند نمونه ها آماده نمایید و با قرائت جذب ، منحنی کالیبراسیون را رسم نمایید ..

محاسبات : یک منحنی استاندارد با توجه به میزان جذب خوانده شده استانداردهای محلول آمونیم تهیه و با توجه به میزان جذب نمونه ها از روی منحنی استاندارد غلظت آمونیاک در نمونه را مشخص و محاسبه کنید .

فلوراید

فلوئور با غلظت تقریبی ۱ میلیگرم در لیتر در آب آشامیدنی بطور موثری پوسیدگیهای دندان را بدون اثر روی سلامتی انسان کاهش و چنانکه غلظت آن در آب بالاتر از حد استاندارد توصیه شده باشد باعث فلوئوروزیس میگردد . فلوئور به دو روش کالریمتری و الکتروود قابل اندازه گیری می باشد حدود اندازه گیری فلوئور در روشهای کالریمتری ۰/۵ تا ۱/۴ میلی گرم در لیتر و با روش الکتروود ۰/۱ تا ۱۰ میلی گرم در لیتر می باشد . کلرین در تعیین مقدار فلوئور دخالت می کند و باید آنرا خنثی نمود .

نمونه برداری و نگهداری نمونه : تر جیحا ظروف پلی اتیلنی برای جمع اوری و ذخیره فلوراید استفاده شوند . بطریهای شیشه ای را در صورتیکه قبلا برای غلظت های بالای فلوراید استفاده نشده

باشند می توان استفاده نمود . برای نمونه برداری چندین نوبت بانمونه بطری نمونه برداری را شستشو دهید . در روش اسپاندز (SPADNS) برای خنثی کردن کلر باقیمانده نباید زیاد معرف دکلریناسیون اضافه شود ، همچنین معرف دکلریناسیون ارسنیت سدیم ، به تیو سولفات سدیم در روش اسپاندز ترجیح داده می شود زیرا تیوسولفات تولید کدورت می نماید که موجب اشتباه در قرائت می گردد.

به علت دخالت یونهای مزاحم (کلرور ۷۰۰۰ ، قلیائیت ۵۰۰۰ ، سولفات ۲۰۰ ، فسفات ۱۶ ، آهن ۱۰ آلومینیم ۰/۱ میلی گرم در لیتر) لازم است که نمونه را طبق دستور تقطیر نموده ولی چنانکه غلظت یونهای مزاحم بالا نباشد میتوان تعیین مقدار فلئور را بدون عمل تقطیر مستقیماً انجام داد. برای اندازه گیری فلئور روشهای متفاوتی وجود دارد که در این مبحث روش SPADNS ارائه می گردد.

در این روش براساس واکنش بین یون فلوراید و ترکیب رنگی زیرکونیم واکنشی انجام می شود که منجر به دیسوسیه شدن یک قسمت از آن به آنیون بیرنگ ZrF_6^{2-} و یک ترکیب رنگی می شود و هرچه غلظت فلوراید بیشتر باشد رنگ تولید شده به سرعت روشن تر می شود . واکنش بین فلئور و زیر کونیم با سیدی کردن مخلوط بیشتر میشود . واکنش لحظه ای است . و تحت چنین شرایطی اثر یونهای مختلف متفاوت می باشد .

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفتو متر ، ترازوی حساس الکتریکی وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

- ۱- محلول استوک فلوراید : ۲۲۱ میلی گرم فلئور سدیم بدون آب را در آب مقطر حل و تا یک لیتر رقیق نمایید. (1mil= 100µgF)
- ۲- محلول استاندارد فلئور : ۱۰۰ میلی لیتر محلول استوک را با آب مقطر رقیق و تا حجم یک لیتر رقیق کنید . (1mil=10µgF)
- ۳- محلول : SPADANS : ۹۵۸ میلی گرم معرف (سدیم ۲ -) (پارا سولفونیل آزو) - ۸۱ دی هیدرکسی ۶۳ نفتالن دی سولفونات) را در آب مقطر حل کرده و تا ۵۰۰

میلی لیتر رقیق کنید . این محلول در تاریکی مدتها پایدار است . اگر از نور مستقیم محافظت شود برای مدت يك سال پایدار است

۴- معرف اسید زیر کونیم : ۱۳۳ میلی گرم کلرور زیر کونیم اکتا هیدرات ($ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$) را در حدود ۲۵ میلی لیتر آب مقطر حل کرده و ۳۵۰ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ به آن افزوده و تا ۵۰۰ میلی لیتر رقیق کنید.

۵- معرف اسید زیر کونیل - SPADANS : حجمهای مساوی از محلول SPADANS و معرف اسید زیر کونیل را با یکدیگر مخلوط کنید . این محلول برای حد اقل دو سال پایدار است .

۶- محلول فرانس : ۱۰ میلی لیتر محلول SPADANS را به ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه کنید سپس ۷ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ را تا ۱۰ میلی لیتر رقیق کرده و به محلول SPADANS بیافزایید این محلول برای مدت يك سال حد اقل پایدار است.

۷- محلول ارسنیت سدیم : ۵ گرم ارسنیت سدیم را در مقداری آب مقطر حل کرده و به حجم يك لیتر برسانید . **دقت شود این محلول فوق العاده سمی و پایدار است و از بلعیدن آن اجتناب کنید .**

روش آزمون

محلولهای استاندارد را از رنج صفر تا ۱/۴ میلیگرم در لیتر در حجم ۵۰ میلی لیتر تهیه کنید و سپس با پیپت ۱۰ میلی لیتر از محلول مخلوط اسپاندز و اسید زیر کونیل به آن افزوده و مخلوط کنید و در طول موج ۵۷۰ نانومتر در مقابل بلانک مقدار جذب را قرائت و منحنی استاندارد را رسم کنید . (در اینجا میتوان از محلول فرانس که تحت همین شرایط تهیه شده است استفاده کرد و جذب آنرا از جذب استانداردها کم کرد).

به ۵۰ میلی لیتر نمونه یا يك حجم رقیق شده تا ۵۰ میلی لیتر (اگر نمونه شامل کلر باقیمانده باشد يك قطره ارسنیت سدیم برای خنثی کردن می افزاییم) ۱۰ cc از محلول مخلوط SPADANS و اسید زیر کونیم افزوده ، قنومتر را روی جذب صفر قرار داده با استفاده از محلول فرانس و جذب استانداردها ، در طول موج ۵۷۰ نانومتر در مقابل بلانک مقدار جذب را قرائت کنید . و از روی منحنی استاندارد غلظت نمونه را تعیین می کنیم

$$\text{میلیگرم فلوراید در لیتر} = \frac{A}{\text{میلیلیتر نمونه}} * B/C$$

A : میکروگرم فلوراید تعیین مقدار از روی منحنی

B : حجم نهایی نمونه رقیق شده

C : حجم نمونه رقیق شده برای توسعه رنگ

فسفر

فسفر در آبهای طبیعی وفاضلابهای صنعتی منحصرأ بصورت فسفات دیده می شود . فسفر به شکل ارتو فسفات، وفسفات کندانسه (پیرو ، متا وارتو) وفسفات با باندهای آلی طبقه بندی شده است و ندرتاً به مقدار زیاد در آبهای طبیعی که برای شرب مورد مصرف قرار می گیرند وجود دارد ومعمولاً در بعضی از محیط های آبی ، ذرات معلق ، آب رودخانه یارسوبات و بدن موجودات آبی یافت می شود .

نمونه برداری ونگهداری نمونه : اگر فسفات محلول بایدتشخیص داده شود بعد از نمونه برداری نمونه را صاف کرده ودر ۱۰- درجه در فریزر قرار داده ویادر بعضی حالات ۴۰ میلیگرم $HgCl_2$ به نمونه اضافه کنید در این صورت برای یک دوره طولانی تری میتوان نمونه را نگهداری کرد ، بویژه زمانی که برای یک دوره طولانی تر (قبل از آنالیز) بخواهیدنمونه را نگهداری نمایید ($HgCl_2$ **یک ترکیب خطرناک است و باید در مصرف آن نیز دقت کرد**) . هنگامیکه فرم های مختلف فسفر باید تعیین مقدار شود نباید برای نگهداری اسید ویا کلروفرم اضافه نمود اگر کل فسفر به تنهایی باید اندازه گیری شود ، اسید سولفوریک ویا اسید کلریدریک افزوده تا $pH > 2$ ونمونه را در ۴ درجه یا فریزر نگهداری کنید .نمونه های شامل فسفات با غلظت پایین را هرگز در بطریهای پلاستیکی نگهداری نکنید مگر اینکه در حالت فریزرقرار داده شوند زیرا فسفر ممکن است جذب دیواره های پلاستیکی بطری نمونه برداری شود .

تمام ظروف شیشه ای را با اسید کلریدریک داغ و سپس با مقدار متناهی آب شستشوداده هرگز از دترژانتهای تجارتهی شامل فسفات برای تمیز کردن ظروف شیشه ای که برای آزمایش بکار می رود استفاده نکنید.

روشهای متعددی برای اندازه گیری فسفر به طریق کالریمتری وجود دارد وانتخاب روش بستگی به غلظت فسفات دارد برای غلظت فسفات در رنج ۱-۲۰ میلیگرم در لیتر P/L روش وانادو

مولیبیدو فسفریک اسید و برای محدود غلظت ۰۱-۶/میلیگرم در لیتر P/L، روش کلرید استانو مناسب می باشد .

در روش کالریمتری به علت آنکه فسفات ممکن است با مواد آلی ترکیب شود ، برای تعیین مقدار کل فسفر باید روش هضم را بکار برد تا مواد آلی را اکسیده و فسفر را به شکل ارتوفسفات آزاد نماید در اینجا روش کالریمتری به طریق کلرور استانو شرح داده می شود.

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفتومتر ، ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱. محلول آبی اندیکاتور فنل فتالین
۲. اسید سولفوریک غلیظ
۳. معرف مولیبیدات آمونیم : ۲۵ گرم مولیبیدات آمونیم ۴ آب را در ۱۷۵ میلی لیتر آب مقطر حل نموده و با احتیاط ۲۸۰ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ را به ۴۰۰ میلی لیتر آب مقطر افزوده ، خنک کرده و سپس آنرا به محلول مولیبیدات افزوده و تا یک لیتر رقیق کنید .
۴. معرف کلرور استانو : ۲/۵ گرم کلرور استانو ۲ آب $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در ۱۰۰ میلی لیتر گلیسرول حل کرده و سپس آنرا در حمام آب گرم قرار داده و هم بزنید تا سریعتر حل شود این معرف پایدار است و نگهداری خاص و نگهدارنده لازم نمی باشد .
۵. محلول استوک استاندارد فسفات : ۲۱۹/۵ میلی گرم KH_2PO_4 بدون آب را در آب مقطر حل کرده و به حجم یک لیتر برسانید . $1\text{mil} = 50 \mu\text{gP-PO}_4$
۶. استانداردهای ۰/۰۵ تا ۰/۲ میلی گرم در لیتر فسفات را تهیه نمایید.

چنانکه حساسیت زیادی مورد نظر باشد و یا تداخلات زیاد باشند نمونه را باید طبق دستورالعمل استاندارد متد (۲۰۰۵) استخراج نمود.

روش آزمون

به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه یا یک حجم رقیق شده از نمونه تا ۱۰۰ میلی لیتر یک قطره فنل فتالین افزوده اگر رنگ محلول صورتی شد قطره قطره اسید سولفوریک اضافه کرده تا بیرنگ شود . اگر

بیش از ۵ قطره مصرف شد حجم کمتری از نمونه را انتخاب کنید در مرحله بعد به هریک از استانداردها و نمونه ۴ میلی لیتر معرف مولیبدات و ۰/۵ میلی لیتر کلرور استانوآزوده و پس از هر افزایش مخلوط کنید میزان و شدت رنگ بستگی به درجه حرارت محلول دارد (هر یک درجه افزایش یک در صد افزایش رنگ دارد) از این رو نمونه ها ، استانداردها و معرفات با تفاوت ۲ درجه از یکدیگر در رنج بین ۲۰ تا ۳۰ درجه سانتیگراد باید نگهداری شوند .

بعد از ده دقیقه و کمتر از ۱۲ دقیقه میزان جذب نور را در طول موج ۶۹۰ نانومتر در مقابل بلانک قرائت کنید بلانک آب مقطر باید استفاده شود . طول راه نورانی متناسب با رنج غلظت فسفر طبق جدول زیر می باشد

<u>عبور نور سانتیمتر</u>	<u>رنج غلظت تقریبی P/L</u>
۰/۵	۰/۳-۲
۲	۰/۱-۱
۱۰	۰/۷-۰/۲

محاسبه از روی منحنی استاندارد با توجه به میزان جذب فسفر غلظت فسفر را بدست می آوریم .
 و از روی فرمول زیر غلظت فسفر در نمونه را تعیین می کنیم

$$\text{میلیگرم فسفر در لیتر} = \frac{\text{mg p}(104.5) * 1000}{\text{ml sample}}$$

سولفید

سولفید در اغلب آبهای زیر زمینی و رسوبات وجود دارد و بوسیله تجزیه مواد آلی و باکتریهای احیا کننده سولفیت تولید می شود و غالباً در فاضلابهای صنعتی و یا شهری نیز یافت می شود . هیدروژن سولفور از فاضلابهای حاوی سولفور به هوا متصاعد و سبب بو می گردد . حدبویایی آن در آبهای

تمیز بین ۰/۲۵-۰/۰۲۵ میکروگرم در لیتر می باشد. گاز SH_2 خیلی سمی است و به زندگی بسیاری از کارگران آسیب رسانده است. گاز SH_2 مستقیماً با فلزات وارد واکنش می شود و بطور غیر مستقیم بعلت اکسیداسیون بیولوژیکی در حضور اکسیژن در دیواره لوله به H_2SO_4 تبدیل شده ، و سبب خوردگی و پوسیدگی لوله های سیمانی می شود.

SH_2 حل شده در آب برای ماهیها و سایر موجودات آبی سمی میباشد.

نمونه برداری و نگهداری آن : نمونه های آب باید با حد اقل هوادهی جمع آوری و بلا فاصله بعد از نمونه برداری آزمایش شوند ، یا اینکه آنها را با محلول استات روی ذخیره نمود. نمونه ای که باید برای کل سولفید تعیین مقدار شود ، باید قبل از نمونه برداری محلولهای هیدروکسید و استات روی را (قبل از پر کردن با نمونه) به داخل بطری اضافه نمود ، ۰/۲ میلی لیتر استات روی ۲مول به هر ۱۰۰ میلی لیتر نمونه بیا افزایشید. اگر غلظت سولفید بزرگتر از 64mg/L باشد حجم استات روی را افزایش دهید . pH نهایی باید حد اقل ۹ باشد. اگر لازم باشد NaOH بیشتری اضافه می کنیم بطری را کاملاً پر نموده و درب آنرا می بندیم .

انتخاب روش : روشهای متعددی برای اندازه گیری سولفید وجود دارد روشهای کالریمتری ، یدومتری ، والکترود. برای نمونه های بالاتر از ۱ میلیگرم در لیتر می توان از روش یدومتری استفاده نمود، این روش برای استاندارد کردن روش کالریمتری متیلن بلو و همچنین برای اندازه گیری سولفید در نمونه آبهای شیرین که از چاه یا چشمه نمونه برداری می شوند ، مناسب می باشد .

برای آزمون سولفید طبق روش یدومتری به شرح زیر عمل می نمایم .

تجهیزات مورد نیاز

ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- اسید کلریریک ۶ نرمال

۲- محلول استاندارد ید ۰/۰۲۵ نرمال : ۲۰ تا ۲۵ گرم یدورپتاسیم را در مقدار کمی آب مقطر حل کرده و سپس ۳/۲ گرم ید اضافه کرده و تا یک لیتر رقیق کنید سپس محلول حاصل را توسط محلول استاندارد تیوسولفات سدیم ۰/۰۲۵ نرمال و با استفاده از اندیکاتور نشاسته استاندارد نمایید .

۳- محلول استاندارد تیو سولفات ۰/۰۲۵ نرمال : ۶/۲۰۵ گرم تیوسولفات سدیم ۵ آبه را در آب مقطر حل کرده و سپس ۰/۴ گرم هیدروکسید سدیم جامد یا ۱/۵ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۶ نرمال به آن اضافه و تا یک لیتر رقیق کنید.

۴- محلول اندیکاتور استارچ (نشاسته) : ۲ گرم پودر استارچ با خلوص آزمایشگاهی و ۰/۲ گرم اسید سالیسیلیک به عنوان ماده (نگهدارنده) را در ۱۰۰ میلی آب مقطر داغ حل کنید .

روش آزمون : در یک ارلن ۵۰۰ میلی لیتری مقداری محلول ید بصورت تخمینی بریزید (حجم آنرا یادداشت کنید) که اضافه بر مقدار سولفید موجود باشد. اگر لازم بود توسط آب مقطر حجم را به ۲۰ میلی لیتر برسانید و ۲ میلی لیتر اسید کلریدریک ۶ نرمال اضافه نموده و سپس ۲۰۰ میلی لیتر نمونه به مخلوط حاصل می افزاییم اگر رنگ ید در محلول مشاهده نشد مقدار بیشتری محلول ید اضافه کنید تا رنگ باقی بماند ، چند قطره محلول نشاسته به مخلوط حاصل افزوده و توسط محلول تیوسولفات تیتراسیون را تا حذف رنگ آبی (نقطه پایانی) ادامه دهید حجم تیو سولفات مصرفی را یادداشت کنید .

اگر سولفید با روی رسوب کرد ، سولفور روی را صاف نموده و فیلتر با رسوب را برمی گردانیم به بطری اصلی و ۱۰۰ میلی لیتر آب اضافه نموده سپس محلول ید و اسید کلریدریک می افزاییم و مانند روش فوق تیترا می کنیم

محاسبه : با استفاده از رابطه زیر غلظت سولفید را محاسبه می نماییم .

$$\text{میلیگرم در لیتریون سولفید} = \frac{\{(A*B)-(C*D)\} * 16000}{\text{mil sample}}$$

A : میلی لیتر محلول ید

B : نرمالیتیه محلول ید

C : میلی لیتر تیوسولفات سدیم

D : نرمالیتیه محلول تیوسولفات سدیم

سیانور

در محیط های آبی سیانور میتواند به صورت اسید سیانیدریک یا هیدروژن سیانید (HCN) غیر قابل دیسوسیته شدن و یا بصورت یون سیانید آزاد (CN⁻) و یا کمپلکس های آنیونی سیانور با

انواع کاتیونهای فلزی وجود داشته باشد. هیدروژن سیانید اسید خیلی ضعیفی است و بنابر این در آبهای با pH خنثی HCN فرم غالب تری نسبت به CN^- آزاد می باشد.

نمکهای ساده سیانور (KCN و NaCN) در آب کاملاً دیسوسییه می شوند، در صورتیکه بعضی کاتیونهای فلزی با کمپلکسهای آنیونی سیانور ترکیب میشوند. سمیت CN^- کمتر از HCN است.

انتخاب روش بستگی به غلظت سیانور دارد برای غلظتهای بالاتر از یک میلیگرم در لیتر روش تیتراسیون، روش های کالریمتریک برای غلظتهای پایین بین ۵-۱ میکروگرم در لیتر و برای غلظتهای ۱۰-۰/۰۵ میلیگرم در لیتر میتوان از روش الکتروود استفاده کرد.

برای حذف تداخلات نظیر سولفیدها، اسیدهای چرب، عوامل اکسید کننده، نیتريتها، نیتراتها و سایر تداخلات، تصفیه اولیه نمونه یا تقطیر لازم می باشد.

اساس تقطیر: سیانور هیدروژن از نمونه اسیدی شده بوسیله عمل تقطیر متصاعد شده و با عبور از یک محلول NaOH جمع آوری و بوسیله یکی از روشهای فوق اندازه گیری می شود.

روش تیتریمتری:

سیانور با محلول استاندارد نیترات نقره تشکیل کمپلکس $\text{Ag}(\text{CN})^-$ میدهد، به محض اینکه تمام CN^- کمپلکس شد افزایش یک مقدار کم یون نقره در محیط با معرف پارا - دی متیل آمینو بنزال رودانین که فوراً از رنگ زرد به رنگ صورتی پرتقالی بر می گردد تشخیص داده می شود.

تجهیزات مورد نیاز

اسپکتروفوتومتر، ترازوی حساس الکتریکی، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

- ۱- محلول اتدیکاتور: ۲۰ میلیگرم پارا دی متیل آمینو بنزال رودانین در ۱۰۰ میلی لیتر استون
- ۲- نیترات نقره استاندارد: ۳/۲۷ نیترات نقره را در یک لیتر آب مقطر حل و با کلرورسدیم استاندارد اشاره شده در روش ارژانتومتر با معرف کرومات پتاسیم استاندارد می کنیم.

۵۰۰ میلی لیتر محلول نیترات نقره برطبق تیترا بدست آمده رقیق می کنیم بطوری که
 $1 \text{ ml} = 1 \text{ mgCN}^-$

۳- هیدروکسید سدیم : ۱/۶ گرم هیدروکسید سدیم را در یک لیتر آب مقطر حل می کنیم

روش ازمون : از محلول جاذب حجمی از نمونه که بین ۱۰-۱ میلی لیتر نیترات نقره برای
 تیتراسیون لازم داشته باشد یا یک حجم رقیق شده با محلول هیدروکسید سدیم تا ۱۰۰ میلی لیتر را
 برداشته ، برای غلظتهای پایین سیانور $\text{CN} \leq 5$ میلیگرم در لیتر نباید رقیق کرد ، و سپس ۰/۵
 میلی لیتر محلول معرف می افزاییم وبا نیترات نقره تیترا می کنیم تا اولین تغییر رنگ از زرد قناری به
 صورتی پرتقالی ظاهرشود یک بلانک هم شامل ۱۰۰ میلی لیتر هیدروکسید سدیم رقیق (یا
 حجمی که برای نمونه استفاده شده است) که معمولاً کمتر از یک قطره یا حتی کمتر مورد نیاز
 باشد، تهیه و همانند همان روش نمونه عمل می نماییم

محاسبه:

$$\text{میلیگرم در لیتر سیانور} = \frac{(A-B) \cdot 1000}{\text{حجم نمونه}} * \frac{250}{\text{حجم شده برداشت}}$$

A : میلی لیتر نیترات نقره مصرف شده برای نمونه

B : میلی لیتر نیترات نقره مصرف شده برای بلانک

روش کالریمتری

برای غلظتهای پایین سیانور از روش کالریمتری به شرح ذیل استفاده می شود

معرفها

۱- کلر آمین T : ۱ گرم پودر سفید قابل در آب را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید این
 محلول هفتگی تهیه ودر یخچال نگهداری شود .

۲- محلول استوک سیانور : ۱/۶ گرم NaOH و ۲/۵۱ گرم K CN را در یک لیتر آب
 مقطر حل کرده (توجه : KCN - فوق العاده سمی از تماس و تنفس آن اجتناب شود)
 وبا نیترات نقره توضیح داده شده در بخش فوق با استفاده از ۲۵ میلی لیتر K CN

استاندارد کنید تیترا هفتگی کنترل شود زیرا محلول به آرامی شدت خود را از دست می

دهد $1\text{mil}=1\text{mgCN}^-$

۳- محلول استاندارد سیانور : ۱۰ میلی لیتر محلول استوک را با هیدروکسید سدیم رقیق به یک لیتر می رسانیم $1\text{mil}=10\mu\text{gCN}^-$ سپس ۱۰ میلی لیتر از این محلول را در يك بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتر ریخته و با سود رقیق به حجم می رسانیم $1\text{mil} = 1\mu\text{gCN}^-$ (روزانه تهیه شود و در يك بطري در ب دار نگهداري می کنیم) .

۴- معرف پیریدین بار بی توریک اسید : ۱۵ گرم بار بی توریک اسید را در يك بالن ژوژه ۲۵۰ میلی لیتری ریخته به آن کمی آب اضافه نموده و سپس ۷۵ میلی لیتر پیریدین افزوده و به آن ۱۵ میلی لیتر اسید کلریدریک غلیظ اضافه و تا حرارت اتاق خنک کرده و به حجم رسانده و مخلوط کنید تا اسید باربی توریک حل شود. این محلول به مدت ۶ ماه در بطري قهوه ای رنگ در داخل یخچال پایدار است . (چنانکه این محلول رسوب داد باید آنرا دور ریخت) .

۵- استات بافر : ۴۱۰ گرم استات سدیم ۳ آبه را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل و به آن تا $\text{pH} = 4/5$ اسید استیک گلاسیال بیافزایید.

۶- هیدروکسید سدیم رقیق : $1/6$ گرم NaOH را در کمی آب حل و سپس به حجم يك لیتر برسانید.

روش آزمون : يك سري استاندارد از ۱-۱۰ میکروگرم سیانور در بالن ژوژه ۵۰ میلی تهیه کرده ($2\mu\text{g} / 0.2 - 0.02$) با هیدروکسید سدیم تا ۴۰ میلی لیتر رقیق می کنیم .

آماده سازی نمونه : يك حجم مشخصی از نمونه حاصل از تقطیر را در بالن ژوژه ۵۰ میلی لیتر ریخته و با هیدروکسید سدیم تا ۴۰ میلی لیتر رقیق کنید، به نمونه آماده شده و استانداردها ۱ سی سی استات بافر ۲ سی سی کلر آمین T اضافه کرده در ب آنرا بسته و مخلوط می کنیم ۲ دقیقه می گذاریم بماند سپس ۵ میلی لیتر معرف پیریدین بار بی توریک اسید افزوده و با آب مقطر رقیق کنید، خوب مخلوط کرده و ۸ دقیقه بماند و سپس میزان جذب را در مقابل آب مقطر در ۵۷۸ نانومتر می خوانیم . میزان جذب بلانک (صفر میلیگرم در لیتر سیانور) را با استفاده از ۴۰ میلی لیتر هیدروکسید سدیم و افزودن معرفات همانند استانداردها و نمونه اندازه گیری می کنیم .
واز روي منحنی استاندارد غلظت را بدست می آوریم

دی اکسید کربن

آبهای سطحی معمولاً کمتر از ۱۰ میلیگرم در لیتر دی اکسید کربن (CO₂ آزاد) دارند در حالیکه بعضی از آبهای زیر زمینی دارای غلظت بیشتری می باشند. CO₂ در آب سبب خوردگی میشود. دکربونیزاسیون آب در آخرین مرحله نرم کردن آب یکی از مراحل شناخته شده تصفیه آب می باشد. برای اندازه گیری CO₂ دو روش تیترومتری و نمودگرافیک وجود دارد که در آب آشامیدنی معمولاً روش تیتراسیون بهتر می باشد.

در اندازه گیری نمودگرافیک باید pH وقلیائیت را با دقت و فوراً بلافاصله بعد از نمونه برداری با استفاده از یک pH متر کالیبره در محدوده ۷-۸ با دقت اندازه گیری کرد زیرا میزان خطا به مقدار ۰/۱ در pH سبب ایجاد اشتباه به میزان ۲-۴ mg CO₂/lit در رنج ۷-۷/۳ با قلیائیت ۱۰۰ و در همان رنج pH با قلیائیت کل ۴۰۰ میلیگرم در لیتر برحسب CO₃Ca میزان خطا ۱۰-۱۵ mgCO₂/lit خواهد بود.

تیترومتری: CO₂ با کربنات سدیم یا هیدروکسید سدیم با تشکیل بیکربنات سدیم وارد واکنش می شود که به طریق پتانسیومتری یا توسعه رنگ صورتی با استفاده از معرف فنل فتالین در pH ۳/۸ اندازه گیری می شود.

بعضی از کاتیونها و آنیون ها و بعضی از یونهای فلزی که در محلول های قلیایی رسوب می کنند مانند آلومینیم، آهن (بیشتر از ۱ میلیگرم در لیتر)، کرم و مس تداخل می کنند و در تعیین مقدار سبب افزایش نتایج می شوند.

نتایج مثبت معمولاً بوسیله بازهای ضعیف نظیر آمونیم، آمین و نمکهای اسیدهای ضعیف و بازهای قوی مانند براتها، نیتریتها، فسفات، سیلیکات و سولفید ایجاد می شود چنین عناصری نباید بیشتر از ۵% غلظت CO₂ باشند. روش تیترومتری برای نمونه های شامل اسیدهای معدنی و خروجی تبادل کننده های کاتیونی بکار می رود.

اشتباهات منفی بوسیله جامدات محلول، آبهایی که بطور تصادفی با آب دریا مخلوط می شوند یا افزایش زیاد اندیکاتور ایجاد می شود.

نمونه برداري و نگهداري نمونه : حتي با دقت زياد در نمونه برداري مقداري CO2 در نقل و انتقال و نگهداري از دست ميرو د . و معمولا زماني كه گاز به مقدار زيادي در نمونه وجود دارد، بهتر است تعيين مقدار CO2 نمونه ها در محل نمونه برداري انجام شود. در جائيكه تعيين مقدار فيلد امكان پذير نباشد ، بطري را كاملا پر کرده و نمونه را تا لحظه آزمايش در حرارت پايين تراز درجه حرارت نمونه ، نگهداري مي كنيم و اندازه گيري هرچه زودتر بايد انجام شود تا تغييرات روي CO2 را به حد اقل برساند .

تجهيزات مورد نياز

ترازوي حساس الكتريكي ، وسايل شيشه اي مورد نياز

معرفها

۱- آب عاري از CO2 ، آب مقطر يا آب ديونيزه كه به مدت ۱۵ دقيقه جوشانده و تا حرارت اتاق سرد نموده pH نهايي ≤ 6 و هدايت ميكروزيمنس > 2

۲- پتاسيم هيدروژن فتالات ۵ /۰ نرمال : ۱۵ تا ۲۰ گرم پتاسيم هيدروژن فتالات $KHC_8H_4O_4$ را خرد کرده و به مدت ۲ ساعت در ۱۲۰ درجه سانتیگراد قرار مي دهيم در دسيكاتور قرار داده گرم 10 ± 0.5 گرم وزن نموده و در يك بالن ژوژه يك ليتري منتقل و به حجم مي رسانيم .

محلول استاندارد هيدروكسيد سدیم ۰/۱ نرمال كه با ۴۰ ميلي ليتر پتاسيم هيدروژن فتالات استاندارد مي كنيم و تا pH برابر ۸/۷ تيتري مي كنيم و از روي فرمول زير نرماليتها هيدروكسيد را تعيين مي كنيم .

$$\text{نرماليتها هيدروكسيد سدیم} = \frac{A*B}{204/2*C}$$

A : وزن پتاسيم هيدروژن فتالات در يك ليتري (گرم)

B: ميلي ليتر محلول هيدروژن فتالات برداشته شده براي تيتراسيون

C: ميلي ليتر NaOH مصرف شده براي تيتراسيون

۳- هیدروکسید سدیم استاندارد ۰/۰۲ نرمال : ۲۰۰ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال را تا ۱۰۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق و به منظور جلوگیری از جذب اتمسفر CO2 درب آنرا محکم بسته و در بطری پلی اتیلنی نگهداری نمایید و آنرا با پتاسیم هیدروژن فتالات استاندارد کنید برای استاندارد کردن از ۱۵ میلیلیتر پتاسیم هیدروژن فتالات استفاده نموده و نرمالیه آن طبق بند ۲- محاسبه شود $1 \text{ mil} = 1 \text{ mgCaCO}_3$

۴- محلول آبی یالکلی فنل فتالین (معرف pH= 8/3)

روش کار: مقدار مشخصی از نمونه را برداشته به آن چند قطره معرف فنل فتالین افزوده و با هیدروکسید سدیم ۰/۰۲ نرمال تا pH برابر ۸/۳ تیترا می کنیم .

$$\text{mgCO}_2/\text{lit} = \frac{A * N * 44000}{\text{mil sample}}$$

A : میلی لیتر هیدروکسید سدیم

N: نرمالیه هیدروکسید سدیم

سدیم

سدیم سومین عنصر در گروه IA جدول تناوبی عناصر با عدد اتمی ۱۱ و وزن اتمی ۲۲/۹۹ که متوسط فراوانی آن در پوسته زمین ۲/۵% ، در خاک ۰/۶۲ - ۰/۰۲ % در رودخانه ها ۶/۳ میلیگرم در لیتر و در آبهای زیر زمینی معمولاً ۵ > میلیگرم در لیتر می باشد ترکیبات سدیم در برخی از صنایع کاربرد دارند . سدیم قابلیت انحلال زیادی در آب دارد و یون یک ظرفیتی آن تا ۱۵۰۰۰ میلیگرم در لیتر در حال تعادل با بیکربنات سدیم می باشد. نسبت سدیم به کل کاتیونها در کشاورزی و فیزیولوژی انسان مهم می باشد در غلظتهای بالا ممکن است روی افراد با مشکلات قلبی اثر نماید . در جایی که لازم است غلظت های زیاد سدیم را می توان با تبادل کننده های هیدروژنی و یا تقطیر جدا کرد . از آنجا که نمکهای آن قابلیت انحلال زیادی در آب دارند ، غلظت آن در آبهای سطحی به علت دفع فاضلابها و استفاده از نمکهای آن برای کنترل برف و یخبندان سطح جاده ها افزایش می یابد . البته غلظت سدیم در آبهای سطحی بستگی به شرایط ژئولوژیکی منطقه هم دارد

همچنین باید توجه داشت که بعضی سیستم‌های نرم کننده آب نیز غلظت سدیم را بطور قابل ملاحظه ای بالا می‌برند. با اندازه گیری ضریب SAR (درصد جذب سدیم) کیفیت آب جهت مصارف کشاورزی را ارزیابی میکنند در این فرمول غلظت سدیم ، کلسیم و منیزیم برحسب اکی والان گرم در لیتر می باشد .

$$SAR = Na + / \sqrt{\frac{(Ca^{2+})+(Mg^{2+})}{2}}$$

SAR= Sodium Absorbption Ratio

EPA غلظت سدیم در آب آشامیدنی را ۲۰ میلیگرم در لیتر توصیه میکند.

نمونه برداری و نگهداری نمونه : نمونه های قلیایی و یا نمونه های حاوی غلظت پایین سدیم را در بطریهای پلی اتیلنی نگهداری می کنیم تا امکان آلودگی و نشت از جداره ظرف شیشه ای را حذف نماید . اندازه گیری طبق روش نور سنجی با شعله و با استفاده از دستگاه فلیم فتو متر انجام می شود . حد اقل غلظت قابل اندازه گیری ۵ میکروگرم می باشد .

تجهیزات مورد نیاز

فلیم فتومتر ، ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

به منظور به حد اقل رساندن آلودگی سدیم تمام محلول ها را در بطریهای پلاستیکی نگهداری نمایید و برای جلوگیری از نشت عناصر از دیواره ظرف ، از ظروف کوچک استفاده می کنیم و قبل از استفاده به شدت تکان می دهیم .

۱- محلول استوک سدیم : ۲/۵۴۲ گرم از کلرور سدیم خشک شده در ۱۴۰ درجه سانتیگراد را وزن و در آب مقطر حل و به حجم یک لیتر می رسانیم ۱ میلی لیتر آن = ۱ میلیگرم یون سدیم می باشد.

۲- محلول استاندارد حد واسط سدیم : ۱۰ میلی لیتر از محلول فوق را به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید ، ۱ میلی لیتر آن = ۰/۱ میلی گرم یون سدیم می باشد ، از این محلول برای تهیه منحنی کالیبراسیون در رنج غلظت ۱-۱۰ میلیگرم در لیتر سدیم استفاده نمایید.

۳- محلول استاندارد کار : ۱۰ میلی لیتر از محلول فوق رابه حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید
۱ میلی لیتر آن = ۰/۰۱ میلی گرم یون سدیم = ۱۰ میکروگرم یون سدیم می باشد، این
محلول برای تهیه منحنی کالیبراسیون در رنج غلظت ۱-۰/۱ میلیگرم در لیتر سدیم استفاده
میکنیم .

روش کار : آبهای آلوده وفاضلاب ها طبق روش ۳۰۳۰ کتاب استاندارد متد سال ۲۰۰۵ نیاز به
تصفیه مقدماتی دارند. یک بلانک ویک سری استاندارد متناسب با غلظت سدیم نمونه از رنج
۰-۱ ، ۰-۱۰ ، ۰-۱۰۰ و ۰-۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر سدیم تهیه نموده ودر طول موج ۵۸۹ نانومتر
استانداردها و نمونه ها را به دستگاه تزریق و منحنی کالیبراسیون را رسم نموده و غلظت سدیم را
از روی منحنی بدست می آوریم .

پتاسیم

پتاسیم چهارمین عنصر در گروه IA جدول تناوبی عناصر با عدد اتمی ۱۹ و وزن اتمی ۳۹/۱۰.
می باشد که متوسط فراوانی آن در پوسته زمین ۱/۸۴٪، در خاک ۲/۶٪ تا ۰/۱٪، در آبهای
سطحی ۲/۳ میلیگرم در لیتر ودر آبهای زیرزمینی ۱۰-۰/۵ میلی گرم در لیتر می باشد پتاسیم
دارای مصارف متعددی در برخی از صنایع می باشد و یکی از عناصر ضروری برای گیاهان
وانسان است پتاسیم بعلت دیسوسیه شدن وانحلال املاح معدنی آن وزهکش های کشاورزی وارد
آبهای زیر زمینی می شود. غلظت آن در آب اشامیدنی حائز اهمیت است ووظایف مهمی را در بدن
انجام می دهد . معمولا غلظت آن در آبهای طبیعی کمتر از ۱۰ میلیگرم در لیتر است .

نمونه برداری ونگهداری نمونه

نمونه ها نباید در بطریهای شیشه ای نرم (soft) نگهداری شوند زیرا بعلت نشت پتاسیم از شیشه
امکان آلوده شدن آنها وجود دارد باید از ظروف شیشه ای بوروسیلیکات ویا پلی اتیلنی که با اسید
شستشو داده شده است استفاده نمود وبعد از نمونه برداری با اسید نیتریک تا $\text{pH} < 2$ اسیدی شوند
زیرا سبب حل شدن نمکهای پتاسیم وکاهش میزان جذب دیواره می شوند . پتاسیم رابا روش
نورسنجی در شعله واستفاده از دستگاه فلیم فتومتر اندازه گیری می کنند . حد اقل غلظت قابل
تشخیص ۰/۱ میلیگرم در لیتر می باشد .

نگهداری طولانی نمونه ها سبب کاهش غلظت یونها در اثر تبخیر از جدار ویا دهانه ظرف می شود.

تجهيزات مورد نیاز

فلیم فتو متر ، ترازوي حساس الكتريكي ، وسایل شیشه اي مورد نیاز

معرفها

به منظور به حد اقل رساندن جذب پتاسیم از دیواره هاي ظرف باید تمام محلول هارا در بطري پلاستيكي نگهداري نمایيم وقبل از استفاده تکان دهيم .

• محلول استوک پتاسیم " ۱/۹۰۷ گرم کلرور پتاسیم را در اب مقطر حل می کنیم
۱ میلی لیتر آن = ۱ میلی گرم پتاسیم می باشد.

۲- محلول استاندارد حد واسط پتاسیم : ۱۰ میلی لیتر از استاندارد فوق را برداشته به حجم ۱۰۰ میلی لیتر میرسانیم ۱ میلی لیتر آن = ۰/۱ میلی گرم پتاسیم می باشد . از این محلول برای رسم منحنی کالیبراسیون در رنج ۱۰- ۱ میلی گرم در لیتر پتاسیم استفاده می کنیم

۳ - محلول استاندارد کار : ۱۰ میلی لیتر از استاندارد فوق را بر داشته به حجم ۱۰۰ میلی لیتر می رسانیم ۱ میلی لیتر آن = ۰/۰۱ میلی گرم پتاسیم . از این محلول برای تهیه منحنی کالیبراسیون از رنج ۱- ۰/۱ میلیگرم در لیتر پتاسیم استفاده می نمایيم .

روش کار با دستگاه فلیم فتومتر :

. پس از تهیه استانداردها واماده سازي نمونه دستگاه را روشن ،ویاتنظیم فشار هوا وجریان گاز شعله آبی رنگي ایجاد مي شودسپس به ترتیب زیر عمل مي کنیم

- ابتدا شاهد آب مقطر را تزریق نموده ودستگاه را روی صفر تنظیم می نمایيم .

- محلول استاندارد را تزریق نموده ومتناسب با غلظت استاندارد رنج دستگاه را تنظیم نمایيد .
وسپس میزان جذب را قرائت ویاد داشت می کنیم .

- مجددا آب مقطر جهت شستشوي دستگاه تزریق شود .

- نمونه را تزریق نموده وغلظت آنرا یادداشت نمایيد توجه شود بعداز هر تزریق نمونه دستگاه توسط آب مقطر شستشوداده شود .

محاسبه : غلظت سدیم و پتاسیم با رسم منحنی کالیبراسیون ، از روی منحنی قابل اندازه گیری است

اسید یته

اسیدیته آب عبارت است از ظرفیت کمی آب برای واکنش با یک باز قوی تا یک pH معین اسیدیته مربوط به خاصیت خوردندگی آب می باشد.

CO₂ معمولاً ترکیب اسیدی اصلی آبهای سطحی غیر آلوده است ، نگهداری و حمل نمونه های جمع آوری شده از چنین منابعی باید به دقت انجام شود تا اتلاف گاز حل شده به حد اقل برسد. در نمونه های حاوی کربن دی اکسید ، بیکربنات و کربنات تیتراسیون تا pH ۸/۳ در حرارت ۲۵ درجه سانتیگراد ، تا تبدیل اسید کربنیک به بیکربنات ادامه می یابد. تغییر رنگ فنل فتالین در ۸/۳ می باشد ، این مقدار معمولاً به عنوان pH نقطه نهایی استاندارد برای تیتراسیون کل شامل CO₂ و اغلب اسیدهای ضعیف قابل قبول است

نمونه برداری و نگهداری آن : نمونه ها را در ظروف شیشه ای یا پلی اتیلنی بر داشته ، بطری را کاملاً پر نموده درب آنرا محکم بسته و در حرارت پایین نگهداری می کنیم (از هم زدن محلول و در معرض هوا قرار دادن آن باید اجتناب کرد).

آنالیز نمونه ها باید بدون تأخیر انجام شود ، در عرض یک روز ، و اگر فعالیت بیولوژیکی نمونه حدس زده شود در عرض ۶ ساعت با ید آزمایش انجام شود.

تجهیزات مورد نیاز

pH متر ، ترازوی حساس الکتریکی و وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- آب عاری از CO₂ (آب مقطر را جوشانده به مدت ۱۵ دقیقه و تا حرارت اتاق سرد می کنیم)

pH نهایی $6 \leq$ و هدایت آن میکروزیمنس > 2

۲- پتاسیم هیدروژن فتالات ۵M ۰/۰ : مقداری پتاسیم هیدروژن فتالات را ($KHC_8H_4O_4$) به مدت ۲ ساعت در حرارت ۱۲۰ درجه سانتیگراد قرارداد و سپس در دسیکاتور خنک نموده و در حدود $۱۰ \pm ۰/۵$ گرم آن را وزن و تا یک لیتر رقیق می کنیم

۳- هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال

۴۰ میلی لیتر پتاسیم هیدروژن فتالات را تا pH ۷/۸ با هیدروکسید سدیم تیترواز فرمول زیر
نرمالیه هیدروکسید سدیم را محاسبه می کنیم

$$\text{نرمالیه هیدروکسید سدیم} = \frac{A*B}{204/2*C}$$

A: وزن پتاسیم هیدروژن فتالات در یک لیتر

B: محلول هیدروژن فتالات پتاسیم برداشته شده برای تیتراسیون

C : میلی لیتر هیدروکسید سدیم مصرفی

۴- هیدروکسید سدیم ۰/۰۲ نرمال : ۲۰۰ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال را تا ۱۰۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق می کنیم

۵- آب اکسیژنه ۳۰%

۶- برموفنل آبی (معرف pH= ۳/۷) : ۱۰۰ میلی گرم نمک سدیم برموفنل آبی را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل می کنیم

۷- معرف متاکرزول پوریل (معرف pH = ۸/۳) : ۱۰۰ میلیگرم آنرا در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل می کنیم .

۸- محلول آبی یالکلی فنل فتالین (معرف pH= 8/3)

۹- تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول : ۲۵ گرم تیوسولفات ۵ آبه را در یک لیتر آب مقطر حل می کنیم

چنانکه عناصر تداخل کننده ، یونها ی فلزی قابل هیدرولیز شدن و یا کاتیونهای پلی والان احیاء کننده وجود داشته باشد ، تصفیه مقدماتی با اسید سولفوریک و آب اکسیژنه انجام می دهیم .

روش آزمون : یک حجم مشخصی از نمونه را انتخاب میکنیم . نرمالیت تیترانت را مشخص نموده و تا در چه حرارت اتاق دمایی آنرا تنظیم می کنیم، اگر نمونه حاوی کلر باقیمانده بود یک قطره تیوسولفات ۰/۱ مول به آن افزوده سپس ۵ قطره معرف اندیکاتور افزوده و با هیدروکسید سدیم که نرمالیت آنرا تعیین نموده ایم تیترا ، تا تغییر رنگ سفید حاصل شود .

روش آزمون در صورت نیاز به تصفیه مقدماتی

* اگر pH نمونه بالای ۴ بود به آن ۵ میلی لیتر اسید سولفوریک ۰/۰۲ نرمال افزوده تا pH را به ۴ و یا کمتر کاهش دهد و ۵ قطره آب اکسیژنه ۳۰٪ افزوده برای ۲ تا ۳ دقیقه می جوشانیم ، تا در چه حرارت اتاق خنک کرده و تا pH ۸/۳ به طریق پتانسیو متری تیترا می کنیم .

$$\text{اسیدیتیه برحسب میلیگرم در لیتر کربنات کلسیم} = \frac{\{(A*B)-(C*D)\} * 50000}{\text{mil sample}}$$

A: حجم هیدروکسید سدیم مصرفی B: نرمالیت هیدروکسید سدیم مصرفی

C: میلی اسید سولفوریک مصرفی D: نرمالیت اسید سولفوریک

اندازه گیری کلر باقیمانده

اثرات کلر زنی : کلریناسیون منابع آب و شبکه های آبرسانی اولاسبب از بین بردن یا غیر فعال کردن میکرو ارگانیسمهای بیماریزایی شوند ، ثانیاً در تصفیه آب آشامیدنی بعلت ترکیب با آمونیاک ، آهن ، منگنز ، سولفور سبب بهبود کیفیت آب می شود . کلر زنی ممکن است بعلت ترکیب با فنل ها و سایر ترکیبات الی موجود در منابع آب موجب پیدایش طعم و بو و اثرات نامطلوب در آب نیز شود .

کلر را در آب می توان با روشهای آمپرو متری ، کالریمتری و تیتریمتری اندازه گیری نمود که در اینجا روش تیتراسیون با فرو سولفات آمونیم و روش یدو متری ارائه می گردد .

بحث کلی

اساس : N,N- دی اتیل پارا - فنیلن دی آمین (DPD) بعنوان یک معرف در روش تیتریمتری با فرسولفات امونیم (FAS) برای اندازه گیری کلر باقیمانده مورد استفاده قرار می گیرد.

در صورتیکه تفکیک کامل انواع کلر مورد نیاز نباشد روش کار را میتوان به نحوی ساده نمود تا فقط کلر آزاد و ترکیبی ویا کلر تام تعیین مقدار گردد .

در صورت عدم وجود یون I^- کلر آزاد به سرعت با اندیکاتور N, N - دی اتیل پارا - فنیلن دی آمین (DPD) وارد واکنش شده و رنگ قرمز تولید می نماید . متعاقباً افزایش مقدار کمی

یون یدور بعنوان کاتالیزور سبب می شود منوکلر آمین رنگ تولید نماید . افزایش مقدار بیشتری یون یدور ، باعث جواب دادن سریع و حضور دی کلر آمین می گردد.

در حضور یون یدور قسمتی تری کلرید نیتروژن (NO_3^-)، دی کلر آمین و قسمتی دیگر کلر آزاد را شامل می شود.

در روشهای تکمیلی بر مبنای افزایش یون یدور قبل از DPD می شود حدس زد یک قسمت از NO_3^- همراه با کلر آزاد ظاهر می شود

مقدار دی اکسید کلر ظاهر شده همراه با کلر آزاد معادل $1/5$ کل تر کیبات کلر می باشد .

دی اکسید کلر متناسب با مقدار کلر تام و از طریق اسیدی کردن اولیه نمونه در حضور یون یدور و رساندن به pH خنثی با افزایش یون بیکربنات حاصل می شود .

برم^۱ برم آمین وید با DPD وارد واکنش شده و به همراه کلر آزاد ظاهر می شوند

افزایش گلیسین قبل از تعیین مقدار کلر آزاد ، کلر آزاد را به فرمهای غیر فعال آن تبدیل می نماید ، و تنها برمین وید باقیمانده ، باقی می ماند. تفریق این باقیمانده ها از باقیمانده اندازه گیری شده با گلیسین اختلاف کلر آزاد را از ید و برم نشان می دهد.

کنترل pH

برای حصول نتیجه دقیق کنترل pH ضروری است. در pH بین ۶/۲ تا ۶/۵ رنگ قرمز تولید شده می تواند در انتهای تیتراسیون بسرعت بیرنگ شود. تیتراسیون باید در اسرع وقت پس از تشکیل رنگ قرمز در هر مرحله انجام شود. اگر pH خیلی پایین باشد در مرحله اول باعث می شود که منوکلر آمین در مرحله کلر آزاد جواب داده شود و دی کلر آمین در مرحله مونو کلر آمین تداخل می نماید. pH خیلی بالا نیز باعث تولید اکسیژن محلول و ایجاد رنگ میشود

کنترل درجه حرارت

در تمام روش هائیکه تشخیص کلر آزاد از کلر آمین وجود دارد هر چه درجه حرارت افزایش یابد تمایل برای واکنش کلر آمین بیشتر شده و در نتیجه باعث افزایش ظاهری نتایج کلر باقیمانده می شود افزایش درجه حرارت همچنین محو شدن رنگ را افزایش می دهد. بنابراین در حرارت های بالا باید اندازه گیری را بسرعت انجام داد.

تداخلات

مهمترین عنصر تداخل کننده در آب که با آن مواجه و در تعیین مقدار مداخله می نماید اکسید منگنز می باشد. برای اصلاح ۵ میلی لیتر محلول بافر و ۰/۵ میلی لیتر محلول ارسنیت سدیم را در ارلن تیتراسیون ریخته و ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه را به آن افزوده و مخلوط کنید. ۵ میلی لیتر محلول معرف DPD به آن اضافه و مخلوط و با محلول فرسولفات آمونیم تا از بین رفتن رنگ قرمز تیتر نموده، عدد بدست آمده را از عددی که برای تعیین مقدار کلر تام باقیمانده بدست آورده اید کم نمایید اگر معرف مخلوط را بصورت پودر مورد استفاده قرار دهید ابتدا یدور پتاسیم و ارسنیت را به نمونه افزوده و سپس ترکیب معرف بافر-اندیکاتور را اضافه نمایید.

بعنوان یک آلتر ناتيو (پیشنهاد) بجای سدیم ارسنیت محلول ۲۵٪ تیو استامید را استفاده کنید و ۰/۵ میلی لیتر به ازای هر ۱۰۰ میلی لیتر نمونه اضافه نمایید.

تداخل یون مس تا حدود تقریباً ۱۰ میلی گرم در لیتر بوسیله EDTA موجود در معرفات برطرف میگردد

کرمانت بیش از ۲ میلیگرم در لیتر در تعیین مقدار نقطه انتهایی دخالت می کند که می توان با افزودن کلرور باریم که این تداخل را با رسوب کردن می پوشاند. بی اثر نمود

غلظتهای بالای کلر ترکیبی می تواند قسمتی از کلر آزاد را بشکند . اگر کلر آزاد که باید اندازه گیری شود در حضور بیش از ۰/۵ میلی گرم در لیتر کلر ترکیبی باشد باید با افزودن تیو استامید آنرا اصلاح نمایید ، اگر این اصلاح کننده را اضافه نکنید رنگ در بیشتر از ۱ دقیقه توسعه می یابد و تداخل منوکلر آمین پیشرفت می کند . اضافه کردن تیو استامید (به میزان ۰/۵ میلی لیتر محلول ۰/۲۵% در ۱۰۰ میلی لیتر نمونه) بلافاصله بعد از مخلوط کردن DPD با نمونه ، واکنش بیشتر با کلر ترکیبی در اندازه گیری کلر آزاد را متوقف می کند تیتراسیون را با فرو سولفات آمونیم ادامه تا کلر آزاد بدست آید .

به علت اینکه غلظتهای بالای یدور استفاده شده برای اندازه گیری کلر ترکیبی فقط اثرات جزئی یدور ، تداخل کلر آمین را در اندازه گیری کلر آزاد افزایش می دهد باید از آلودگی آن به یدور اجتناب نمود.

حد اقل غلظت قابل تشخیص : با این روش تحت شرایط ایده ال ونرمال ۱۸ میکروگرم برحسب CL_2/L قابل اندازه گیری می باشد .

تجهیزات مورد نیاز

pH متر ، ترازوی حساس الکتریکی ، وسایل شیشه ای مورد نیاز

معرفها

۱- محلول با فرسفات : ۲۴ گرم دی سدیم هیدروژن فسفات بی آب و ۴۶ گرم پتاسیم دی هیدروژن فسفات بی آب در آب مقطر حل کنید. این محلول را با ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر که در آن ۸۰۰ میلیگرم EDTA اتیلن دی آمین تترا استیک دی هیدرات حل نموده اید مخلوط و تا یک لیتر رقیق نموده و به آن ۲۰ میلیگرم $HgCl_2$ و یا ۲ قطره تولوئن برای جلوگیری از رشد قارچ وکپک اضافه نمایید . تداخلات مقادیر جزئی یدور در معرف با افزایش کلرور جیوه بلا اثر می شود.(احتیاط - کلرور جیوه سمی است ، از بلعیدن آن اجتناب کنید .)

۲- محلول معرف N,N- دی اتیل- پارا فنیلن دی آمین (DPD)

۱ گرم اکسالات DPD ویا ۱/۵ گرم سولفات ۵ آبه DPD یا ۱/۱ گرم سولفات بدون آب DPD را در آب مقطر عاری از کلر که حاوی ۸ میلی لیتر اسید سولفوریک ۱+۳ و ۲۰۰ میلی گرم ملح سدیم EDTA دو آبه می باشد حل نمایید و به حجم یک لیتر رسانده و در شیشه قهوه ای رنگ در دار در تاریکی نگهداری کنید. (وقتی بیرنگ شد محلول را دور می ریزیم). مخلوط بافر فسفات و سولفات DPD به صورت پودر پایدار در بازار موجود است.

احتیاط - اکسالات DPD سمی بوده و باید از بلعیدن و خوردن آن اجتناب شود).

۳- محلول فرو سولفات استاندارد FAS

۱/۱۰۶ گرم از نمک (Mohr) $(\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O})$ را در آب مقطر ی که حاوی ۱ میلی لیتر اسید سولفوریک ۱+۳ است حل نموده و با آب مقطر ی که قبلا جوشانیده و سرد شده است به حجم یک لیتر رسانید این استاندارد می تواند تا یک ماه مورد استفاده قرار گیرد و تیترا آن بوسیله محلول پتاسیم دی کرومات کنترل گردد.

برای این منظور ۱۰ میلی لیتر اسید سولفوریک ۱+۵، ۵ میلی لیتر اسید فسفریک غلیظ و، ۲ میلی لیتر باریم دی فنیل آمین ۰/۱% به ۱۰۰ میلی لیتر FAS افزوده و با محلول پتاسیم دی کرومات تا پیدایش رنگ بنفش که برای ۳۰ ثانیه پایدار بماند تیترا نمایید. محلول FAS معادل ۱۰۰ میکروگرم کلر در میلی لیتر می باشد. ۲۰ میلی لیتر دی کرومات برای تیتراسیون لازم است.

۴- کریستال یدور پتاسیم IK

۵ - محلول یدور پتاسیم : ۵۰۰ میلی گرم یدور پتاسیم را در آب مقطر حل نموده و تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر با آب مقطر رقیق می کنیم و برای این منظور از آب مقطر ی که جوشانیده شده و سپس سرد شده است استفاده نمایید. محلول را در شیشه قهوه ای رنگ در دار ریخته و بهتر است که در یخچال نگهداری شود، و چنانکه پس از مدتی رنگ آن زرد شد آنرا دور بریزید.

۶- محلول پتاسیم دی کرومات : ۰/۶۹۱ گرم در ۱۰۰۰ میلی لیتر

۷- باریم دی فنیل آمین سولفونات ۰/۱% : ۰/۱ گرم $(\text{Ba}(\text{C}_6\text{H}_5\text{NHC}_6\text{H}_4\text{-4-SO}_3))$ را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل می کنیم.

۸- محلول ارسنیت سدیم : ۵ گرم ارسنیت سدیم را در آب مقطر حل و به حجم يك لیتر رسانید (احتیاط ارسنیت سدیم سمی و از بلعیدن اجتناب شود .)

۹- محلول تیواستامید: ۲۵۰ میلیگرم CH_3CSNH_2 را در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل نمایید . (احتیاط: احتمال سرطانزایی این ترکیب وجود دارد، از تماس با پوست و بلعیدن آن اجتناب نمایید.)

۱۰- آب عاری از کلر

۱۱- محلول گلیسین : ۲۰ گرم گلیسین (آمینو استیک اسید) را در مقدار کافی آب عاری از کلر حل و تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نموده و تحت شرایط یخچال نگهداری کنید . و اگر کدري آن توسعه یافت دور بریزید.

۱۲- کریستال کلرور باریم ۲ آبه

روش آزمون

مقادیر داده شده در زیر متناسب برای تعیین مقدار کلر تام تا ۵ میلی گرم در لیتر می باشد . وقتی مقدار کلر تام بیش از ۵ میلیگرم در لیتر باشد باید حجم کمتری از نمونه اختیار نموده و سپس آنرا تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید . حجم مناسبی از معرف DPD و بافر را مخلوط کرده یا مقدار مناسبی از پودر DPD را در آب مقطر حل نموده ، قبل از اضافه نمودن نمونه ، سپس به اندازه کافی نمونه تا حجم نهایی ۱۰۰ میلی لیتر به آن می افزاییم (اگر نمونه قبل از بافر اضافه شود آزمایش انجام نمی شود.)

اگر کرمات بیشتر از ۲ میلیگرم در لیتر وجود داشته باشد ۰/۲ گرم کلرور باریم ۲ آبه را قبل از افزودن سایر معرفات به ۱۰۰ میلی لیتر نمونه اضافه می کنیم و اگر سولفات بیشتر از ۵۰۰ میلیگرم در لیتر باشد ۰/۴ گرم کلرور باریم ۲ آبه رابه ۱۰۰ میلی لیتر نمونه می افزاییم .

۱ -- کلر آزاد یا کلر آمین . ۵ میلی لیتر از هر کدام از بافر و DPD را در ارلن تیتراسیون ریخته و مخلوط می نمایم (یا ۵۰۰ میلی گرم از پودر خشک DPD) ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه یا يك قسمت رقیق شده تا ۱۰۰ میلی لیتر را به آن می افزاییم

۱-۱- کلر آزاد

به سرعت با محلول استاندارد FAS تیتتر می نماییم تا از بین رفتن رنگ قرمز محلول پایان واکنش است. (حجم فرو سولفات مصرف شده را قرائت می کنیم: A)

۲-۱ - منوکلر آمین

یک کریستال خیلی کوچک یدور پتاسیم (در حدود ۰/۵ میلیگرم) یا ۰/۱ میلی لیتر (۲ قطره محلول یدور پتاسیم) افزوده و سپس با FAS استاندارد تا از بین رفتن رنگ قرمز تیتتر می کنیم (حجم فرو سولفات امونیم مصرف شده را قرائت می کنیم: B)

۳-۱ - دی کلر آمین

چند بلور یدور پتاسیم (در حدود یک گرم) افزوده و مخلوط نموده تا حل شود سپس ۲ دقیقه می گذاریم بماند و با FAS تا از بین رفتن رنگ قرمز تیتتر می نماییم (حجم فرو سولفات مصرفی را یادداشت می کنیم: C). در صورتی که غلظت دی کلر آمین بیشتر از ۱ میلیگرم در لیتر باشد ، محلول را ۲ دقیقه بیشتر می گذاریم بماند اگر رنگ معرف کمی بر گردد، نشان دهنده ناقص بودن واکنش است .

وقتی غلظت دی کلر آمین خیلی زیاد نباشد نصف مقدار یدور پتاسیم را به نمونه می افزاییم

۴-۱ - روش ساده برای تعیین مقدار کلر آزاد و کلر ترکیبی یا کلر تام با - حذف مرحله ۲) در فوق و مجموع منو ودی کلر آمین به عنوان کلر ترکیبی بدست می آید . برای بدست آوردن کلر تام با یک بار تیتراسیون ، با افزودن مقدار کافی یدور پتاسیم در ابتدا و مقادیر مشخصی از بافر و معرف DPD به نمونه پس از ۲ دقیقه با FAS تیتتر نموده و حجم فرو سولفات مصرفی را یادداشت می کنیم .

۲- تری کلرید نیتروژن

یک کریستال کوچک یدور پتاسیم (در حدود ۰/۵ گرم) یا ۰/۱ میلی لیتر محلول یدور پتاسیم را در ارلن تیتراسیون ریخته و ۱۰۰ میلی لیتر نمونه به آن اضافه و مخلوط کنید سپس محتویات این ارلن را به ارلن دیگری که حاوی ۵ میلی لیتر محلول بافر و ۵ میلی لیتر محلول معرف DPD است (یا ۵۰۰ میلیگرم پودر DPD را مستقیماً به ارلن اول می افزاییم) اضافه کنید و بسرعت

با محلول استاندارد FAS تا از بین رفتن رنگ قرمز تیتر نمایید. (حجم فرسولفات مصرفی را یادداشت کنید : N) .

محاسبه

برای ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه : (۱ میلی لیتر محلول FAS = ۱ میلی گرم در لیتر کلر بر حسب Cl₂/L) .

مقدار FAS تیتر شده	عدم حضور NCl ₃	در حضور NCl ₃
A	کلر آزاد	کلر آزاد
B-A	NH ₂ Cl	NH ₂ Cl
C-B	NHCl ₂	NH ₂ Cl + ۱/۲ NCl ₃
N	--	NCl ₃ + ۱/۲ کلر آزاد
2(N-A)	--	NCl ₃
C-N	--	NHCl ₂

اگر منو کلر امین همراه با تری کلرور ازت وجود داشته باشد مقدار آن در مقدار N خوانده شده خواهد بود و در این صورت NCl₃ از رابطه : $2(N-B)$ بدست می آید

اگر دی اکسید کلر وجود داشته باشد مقدار آن در A خوانده شده خواهد بود که ۱/۲ مقدار کلر تام خواهد بود .

در روش ساده شده برای کلر آزاد و کلر ترکیبی : مقدار A فقط (کلر آزاد) و مقدار C (کلر تام) مورد نیاز است کلر ترکیبی از رابطه (C - A) حاصل می شود .

نتایج بدست آمده در روش ساده شده کلر تام برابر با C می باشد .

اندازه گیری کلر با قیمانده با روش یدو متری

اساس : کلر آزادی تواند ید را از محلول یدور پتاسیم در $\text{pH}=8$ یا کمتر آزاد نماید . ید آزاد شده را با محلول استاندارد تیو سولفات سدیم در حضور معرف چسب نشاسته تیتر می کنیم . بعلت اکسیداسیون جزئی تیوسولفات به سولفات در pH نرمال ، واکنش استئوکیومتریك انجام نمی شود بنابراین بهتر است تیتراسیون در محدوده pH ۳-۴ صورت گیرد

حد اقل غلظت قابل تشخیص ۴۰ میکروگرم کلر برحسب CL_2/L است چنانکه برای تیتراسیون ۱۰۰۰ میلی لیتر نمونه و تیوسولفات ۰/۰۱ استفاده نماییم . غلظت های زیر ۱ میلیگرم در لیتر با روش چسب نشاسته یدور به دقت نمی توانند تعیین شوند.

معرفها

۱- اسید استیک غلیظ (گلاسیال)

۲- کریستال یدور پتاسیم

۳- تیوسولفات سدیم ۰/۱ نرمال : ۲۵ گرم تیوسولفات سدیم ۵ آبه رادر يك لیتر آب مقطر جوشیده حل نموده و آنرا بای یادت پتاسیم یا بیكرومات پتاسیم بعد از ۲ هفته نگهداری استاندارد کنید (طبق دستورالعمل ارائه شده در کتاب استاندارد متد ۲۰۰۵) . این نگهداری اولیه لازم است تا فرصت دهد هر یون بی سولفات موجود اکسیده شود. آب مقطر جوشیده استفاده شودو برای جلوگیری از تجزیه باکتریایی چند میلی لیتر کلروفرم بیا فزایید.

نرمالیتة تیوسولفات مطابق با فرمول زیر محاسبه کنید

$$\text{نر مالیتة تیو سولفات} = \frac{1}{\text{تیوسولفات مصرفی میلی لیتر}}$$

۴- محلول استاندارد تیو سولفات ۰/۰۱ یا ۰/۰۲۵ نرمال: که با رقیق کردن محلول تیوسولفات ۰/۱ نرمال وبا آب مقطر جوشیده تهیه می شودو به آن ۴ گرم برات سدیم و ۱۰ میلیگرم یدور جیوه در لیتر اضافه نمایید . برای دقت کار این محلول را روزانه طبق دستور العمل ارائه شده استاندارد کنید.

۵-۵ گرم نشاسته را در کمی آب سرد حل نموده سپس به یک لیتر آب مقطر در حال جوش افزوده قسمت شفاف آنرا جدا کرده و برای نگهداری به آن ۱/۲۵ گرم اسید سالیسیلیک، ۴ گرم کلروروی بیافزایید.

۶-محلول پد استاندارد ۰/۱ نرمال

۷-محلول استاندارد رفیق پد ۰/۰۲۸۲ نرمال

روش آزمون : حجمی از نمونه را انتخاب کنید که بیشتر از ۲۰ میلی لیتر تیوسولفات ۰/۰۱ نرمال برای تیتراسیون لازم نداشته باشد، (برای رنج کلر باقیمانده بین ۱۰-۱ میلیگرم در لیتر ۵۰۰ میلی لیتر نمونه و برای بیشتر از ۱۰ میلیگرم در لیتر حجم کمتری از نمونه را انتخاب کنید). به نمونه انتخاب شده در داخل ارلن ۵ میلی لیتر اسید استیک برای رسیدن به $pH = 4-3$ و حدود یک گرم یدور پتاسیم با اسپاتول ریخته و با همزن مخلوط کنید. تیتراسیون را دور از نور مستقیم خورشید با تیوسولفات ۰/۰۱ یا ۰/۰۲۵ نرمال، تا تغییر رنگ زرد پد آزاد شده ادامه دهید، در این مرحله ۱ میلی لیتر چسب نشاسته افزوده و سپس تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ آبی ادامه دهید.

تیتراسیون شاهد : برای تصحیح نتایج نمونه یک نمونه شاهد از آب مقطر عاری از کلر تهیه نموده و تمام مراحل فوق، همانند نمونه، رابر روی آن انجام داده و برطبق فرمول زیر مقدار کلر باقیمانده را محاسبه مینماییم

$$\text{mg as Cl}_2/\text{L} = \frac{(A \pm B) * N * 35450}{\text{میلی لیتر نمونه}}$$

A = میلی لیتر تیوسولفات مصرف شده برای تیتراسیون نمونه

B = میلی لیتر تیوسولفات مصرف شده برای شاهد (مثبت یا منفی)

N = نرمالیه تیوسولفات

در تیتراسیون شاهد چنانکه رنگ آبی توسعه پیدا نمود با تیوسولفات تیتر کنید (نتایج منفی B -)

در تیتراسیون شاهد چنانکه رنگ آبی ظاهر نشود با محلول پد ۰/۰۲۸۲ نرمال تیتر تا ظهور رنگ آبی سپس با تیوسولفات ۰/۰۲۵ تیتر و اختلاف را گزارش نموده و نتایج مثبت B +

اندازه گیری کلر فعال در هیپوکلریت کلسیم

دستورالعمل زیر از استاندارد ملی ۷۰۹۸ " هیپو کلریت کلسیم مورد مصرف در تصفیه آب برای مصارف انسانی- ویژگیها و روشهای آزمون " تهیه و ارائه می گردد.

روش آزمون

کلر فعال: این روش برای محصولاتی که کلر فعال آنها بین ۴۰ تا ۷۰ درصد جرمی است بکار گرفته می شود.

اساس روش : در اثر واکنش هیپوکلریت کلسیم بایدید پتاسیم در حضور اسید استیک ید آزاد می شود . ید آزاد شده در حضور محلول شناساگر نشاسته با محلول استاندارد حجمی تیوسولفات سدیم تیترا می شود.

مواد لازم

کلید مواد مورد استفاده باید از نوع تجزیه ای و آب مورد مصرف نیز باید مطابق آب درجه ۳ استاندارد ملی ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ باشد

۱- یدیدپتاسیم (IK) بلوری

۲- اسید استیک گلاسیال

۳- محلول استاندارد حجمی تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول در لیتر

بهتر است از محلولهای آماده استاندارد (تیترازول) موجود استفاده شود. در غیر اینصورت این محلول را طبق زیر تهیه نمایید.

تهیه محلول تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول در لیتر: ۲۴/۸ گرم تیوسولفات سدیم ۵ آبه را در آب حل کنید ۰/۵ میلی لیتر کلروفرم به عنوان نگهدارنده به آن اضافه کرده و در یک بالن حجمی یک لیتری با آب به حجم برسانید و خوب هم بزنید . این محلول را طبق روش زیر استاندارد کنید.

استاندارد کردن محلول تیوسولفات سدیم ۰/۱ مول در لیتر : 10 ± 160 میلی گرم از استاندارد اولیه دی کرومات پتاسیم را با دقت ۰/۰۰۰ ۱ گرم وزن کرده و به یک ارلن ۵۰۰ میلی لیتری در دار منتقل کنید. به آن ۱۰۰ میلی لیتر آب و 2 ± 0.5 گرم یدیدپتاسیم اضافه کرده و هم بزنید تا حل شود

سپس 1 ± 0.5 میلی لیتر محلول اسید کلریریک (۱:۱) به آن افزوده و مجدداً هم بزنیید و بگذارید ۵ دقیقه به حال خود باقی بماند. آن را با محلول تیوسولفات سدیم تا پیدایش زرد کم‌رنگ تیترا کنید. پس از افزودن 1 ± 0.5 میلی لیتر محلول نشاسته تیتراسیون را تا از بین رفتن رنگ آبی ادامه دهید. غلظت (C) محلول استاندارد حجمی تیوسولفات سدیم برحسب مول در لیتر فرمول زیر بدست می‌آید:

$$C = \frac{m}{v * 49}$$

m جرم دی‌کرمات پتاسیم توزین شده برحسب میلی‌گرم

v حجم محلول استاندارد حجمی تیوسولفات سدیم مصرف شده برحسب میلی‌لیتر است

محلول شناساگر نشاسته، یک درصد حجمی

۱/۰۱ ± ۱ گرم نشاسته را با ۵ میلی لیتر آب مخلوط کنید. به آن 5 ± 0.9 میلی لیتر آب جوش اضافه کرده و هم بزنیید تا حل شود. محلول را پس از خنک شدن استفاده کنید. برای جلوگیری از تجزیه شدن نشاسته محلول را در یخچال نگهدارید، در این صورت تا یک هفته قابل استفاده است.

یاد آوری – شنا ساگرهای تجارتي برای تیتراسیون ید در صورتیکه از نظر کارایی مورد آزمون قرار گرفته باشند می‌توانند به جای محلول شناساگر نشاسته مورد استفاده قرار گیرند.

وسایل لازم

وسایل معمول آزمایشگاهی و

لرزاننده ارتعاشی صوتی

روش اجرای آزمون

آماده کردن نمونه

۳/۵ گرم نمونه آزمایشگاهی را با دقت ۰/۰۰۰۱ گرم در یک ظرف توزین در دار وزن کنید.

ازمونه را با آب به يك بالن حجمي ۵۰۰ ميلي ليتري منتقل كنيد ، در آن را ببنديد و به مدت ۱۰ دقيقه روي لرزاننده ارتعاشي قرار دهيد . گهگاهی به آن حرکت چرخشي داده تا ذرات حل شوند . لرزاننده را خاموش کرده محلول را به حجم برسانيد . سپس محلول را به كمك هم زن مغناطيسي هم بزنييد و در حال هم خوردن ۲۵ ميلي ليتر آن را قبل از اينكه مواد نا محلول فرصت رسوب کردن پيدا كنند به ارلن ۵۰۰ ميلي ليتري منتقل كنيد و به آن ۱۰۰ ميلي ليتر آب و ۲ گرم يديد پتسيم اضافه کرده و هم بزنييد تا حل شود . ۸ ميلي ليتر اسيد استيك گلاسيال افزوده ، هم بزنييد و بلافاصله با محلول استاندارد حجمي تيوسولفات سدیم تا پيدایش رنگ زرد کم رنگ تیتري كنيد . ۳ ميلي ليتر از محلول نشاسته اضافه کرده و تیتراسيون را تا از بين رفتن رنگ آبي ادامه دهيد .

بيان نتايج

كلر فعال برحسب در صد حجمي را از فرمول زير محاسبه كنيد :

$$C_{cl} = \frac{V * C * 35 / 453 * 20 * 100}{m}$$

که در آن

V : حجم محلول استاندارد حجمي تيوسولفات سدیم مصرفي برحسب ميلي ليتر

C : غلظت محلول استاندارد حجمي تيوسولفات سدیم برحسب مول در ليتر

m : جرم ازمونه برحسب ميلي گرم

۳۵/۴۵۳ جرم كلر معادل يك ميلي ليتر محلول تيوسولفات سدیم يك مول در ليتر برحسب ميلي گرم

اندازه گيري فلزات سنگين

فلزات با روشهاي مختلفی مانند روشهاي كالريمتري ، پلاروگرافي و روش جذب اتمي قابل اندازه گيري مي باشند. روش جذب اتمي معمولاً در محدوده غلظت ۰/۱ میکروگرم تا ۱۰ ميلي گرم در ليتر کاربرد دارد

در روش جذب اتمي نمونه هاي داراي ذرات ، مواد آلي ، فلزات با باندهاي آلي وغير آلي و يا فلزات محلول و معلق ، لازم است قبل از اندازه گيري روي آن تصفيه مقدماتي انجام شود .

نمونه های فاقد رنگ ، شفاف و با کدورت کمتر از $1 > NTU$ را می توان مستقیماً اندازه گیری نمود

برای اندازه گیری کل فلزات ، محلول و معلق ، نمونه قبل از اندازه گیری باید با اسید هضم شود.

فلزات محلول : به آن دسته از فلزاتی گویند که در نمونه های اسیدی نشده از ممبران با منافذ 0.45 میکرومتر عبور نمایند

فلزات معلق : به آن دسته از فلزاتی گویند که در نمونه های اسیدی نشده روی صافی با منافذ 0.45 میکرومتر باقی می مانند.

فلزات کل : به آن دسته از فلزاتی گویند که در نمونه های صاف نشده بعد از عملیات هضم تعیین مقدار می شوند. مجموع فلزات محلول و نا محلول

تصفیه مقدماتی نمونه

برای کاهش تداخلات و تبدیل فلزات به فرمهای قابل اندازه گیری ، با انجام عملیات هضم روی نمونه می توان فلزات را باروش جذب اتمی تعیین مقدار نمود. بنابراین با بکار گیری یکی از روشهای زیر و طبق دستور العمل ارائه شده در کتاب استاندارد متد، متناسب با کیفیت آب با آماده سازی نمونه و انجام یک سری عملیات بر روی نمونه شرایط ایده آل برای سنجش دقیق فلز باروش جذب اتمی فراهم میگردد.

۱- هضم با اسید نیتريك

۲- هضم با اسید نیتريك - اسید هیدروكلريك

۳- اسید نیتريك - اسید پر كلريك

۴- اسید نیتريك - اسید پر كلريك - اسید هیدروفلوئوريك

تجهیزات مورد نیاز

برای اندازه گیری فلزات به روش جذب اتمی به تجهیزات و مواد زیر مورد نیاز است :

دستگاه جذب اتمی

معرفها :

۱- هوای خشک و تمیز که از یک صافی مناسب برای جدا کردن چربیها و سایر اجسام خارجی عبور داده شده است

۲- گاز استیلن از درجه تجارتي استاندارد شده

۳- آب مقطر

۴- اسید کلرید ریک ، اسید نیتریک ، اسید پر کلریک و اسید هیدروفلوئوریک

۵- محلولهای استاندارد فلزی

ضمیمه ۱

محلول سازی و تعاریف محلول های

(استاندارد ، محلول گرم در لیتر ، محلول مولار ، محلول مولال ، محلول نرمال)

محلول استاندارد : محلولی را استاندارد گویند که در آن ، رابطه بین مقادیر ماده حل شده و محلول یا رابطه بین مقدار ماده حل شده و حلال بنحوی معلوم باشد. با معلوم بودن مقدار ماده حل شونده و مقدار حلال تشکیل دهنده محلول ، غلظت محلول مشخص می گردد. بسیاری از واکنش ها در حالت محلول انجام می شوند و محاسبه های کمی برای این گونه واکنش ها بر مبنای غلظت آنها صورت می گیرد. برای بیان غلظت ، روش های گوناگونی وجود دارد و محلولهای استاندارد را بر اساس غلظت بیان می کنند .

محلول های استاندارد مورد کاربرد

محلول درصد جرمی : محلولی است که در آن مقداری ماده حل شونده در ۱۰۰ گرم حلال ، حل شده باشد .

* ۱۰۰ جرم محلول / جرم ماده حل شده = درصد جرمی

در صورت و مخرج باید از یک نوع یکای جرم استفاده شود ، یعنی هر دو بر حسب گرم یا میلیگرم و یا کیلوگرم بیان شود.

برای محلول های بسیار رقیق ، معمولاً غلظت بر حسب قسمت در میلیون (ppm) بیان می شود .

از (ppm) برای بیان مقادیر بسیار کم کاتیون ها و آنیون ها در آب استفاده می شود .

محلول گرم در لیتر (غلظت معمولی - C) : مقدار ماده حل شده در یک لیتر محلول می باشد .

محلول مول در لیتر (مولار C_M) : غلظت مولار رایجترین روش برای بیان غلظت است و محلول مولار ، محلولی است که در هر لیتر آن به اندازه یک مول ماده حل شونده حل شده باشد .

محلول مولال (m) : محلولی است که در آن یک مول ماده حل شونده در یک کیلوگرم حلال حل شده باشد .

محلول نرمال (N) : محلول نرمال محلولي است که يك اکیوالان گرم ماده حل شونده در يك لیتر آن حل شده باشد .

اکی والان گرم : مقدار وزن اکیوالان مواد مختلف طبق رابطه زیر به دست می آید

$$E = M/n$$

که M جرم مولکولي و n ظرفیت که برای مواد مختلف به قرار زیر است :

مقدار n برای اسیدها برابر تعداد هیدروژن های اسیدی و برای بازها برابر تعداد OH^- و برای نمکها ظرفیت فلز ضربدر تعداد فلز و برای واکنش های اکسیداسیون و احیاء برابر درجه اکسیدکنندگی یا کاهشندگی.

شیشه آلات حجمی : ابزار دقیق کالیبره ای هستند که برای اندازه گیری دقیق حجم مورد استفاده واقع می شوند که شامل بالنهای حجمی ، پیپتهای حجمی و بورت های کالیبره شده می باشند . که از این شیشه آلات حجمی در تهیه محلولهای استاندارد ذخیره (استوک) ، محلول های استاندارد روزانه و رقیق سازی محلول استفاده می شوند . شیشه جات با دقت کمتر ، شامل استوانه های مدرج و پیپتهای سرولوژی زمانیکه حجمهای دقیقی ضروری نباشد مورد استفاده قرار می گیرند . برای مخلوط کردن محلول ها می توان از بالن های حجمی استفاده کرد و برای اندازه گیری دقیق حجمی که باید منتقل شود از پیپتهای ژوژه یا حباب دار استفاده می شود

تهیه محلول های اسیدی وقلیایی :

برای تهیه محلول های اسیدی همیشه اسید را به آب اضافه کنید ، هرگز آب به اسید اضافه نکنید بعضی از واکنشها ممکن است بسیار شدید باشد . از البسه حفاظتی و عینکهای ایمنی استفاده کنید

محلولهای قلیایی : برای تهیه محلولهای رقیق قلیایی از آب دی یونیزه که به مدت چند دقیقه به منظور بیرون راندن گاز CO_2 جوشانده شده است استفاده می کنیم .

مرا حل ساختن و تهیه رقت های مختلف محلولهای اسیدی و قلیایی در زیر هود روشن و با پوشیدن دستکش و ماسک باید انجام شود .

جهت کشیدن مایعات با پیپت حتما از پوار یا پیپتور استفاده کنید . هنگام کار در ظروف حاوی اسید و حلال رابسته نگهدارید

ضمیمه ۲

روش جذب اتمی

اساس جذب اتمی بر روی تابش و جذب اتم‌ها یا خنثی در درجه حرارتی پایین‌تر از طیف تابشی یعنی ۲۰۰۰ درجه سلسیوس می‌باشد برای سنجش در این روش نمونه‌ها باید بصورت محلول باشد. در اولین قدم آزمایش محلول حاوی عنصر بوسیله یک شعله که با هوا واستیلن می‌سوزد و در ۲۰۰۰ درجه سلسیوس، بخار می‌شود. در اثر بخار شدن قسمت اعظم عناصر موجود در محلول به حالت خنثی در می‌آید.

از جمله روش‌هایی که جهت اندازه‌گیری فلزات سنگین بکار می‌رود روش جذب اتمی می‌باشد. که با استفاده از دستگاه اتمیک ابسوربشن می‌باشد.

بطور کلی اتمیک ابسوربشن اسپکتروفتومتری بعنوان روشی برای تعیین مقدار غلظت یک فلز در نمونه با اندازه‌گیری تشعشعات در بخار اتمی تولید شده از نمونه، در طول موجی که مشخص و خاص فلز تحت اندازه‌گیری می‌باشد توصیف می‌شود.

عناصر قابل اندازه‌گیری با دستگاه اتمیک با رنگ صورتی در جدول تناوبی در زیر نشان داده می‌شود.

H																					He
Li	Be											B	C	N	O	F					Ne
Na	Mg											Al	Si	P	S	Cl					Ar
K	Ca	Sc	Ti	V	Cr	Mn	Fe	Co	Ni	Cu	Zn	Ga	Ge	As	Se	Br					Kr
Rb	Sr	Y	Zr	Nb	Mo	Tc	Ru	Rh	Pd	Ag	Cd	In	Sn	Sb	Te	I					Xe
Cs	Ba	La	Hf	Ta	W	Re	Os	Ir	Pt	Au	Hg	Tl	Pb	Bi	Po	At					Rn
Fr	Ra	Ac																			

اتمیک افسوربشن یکی از دقیق ترین روشها برای تشخیص و تعیین مقدار فلزات در محلول ها می باشد بطوریکه می توان عناصر فلزی را با آن در غلظتهایی از مقادیر بسیار جزئی تا مقادیر بالا ، تعیین مقدار نمود این روش محدود به محلول های آبی نمی شود زیرا حلال های آلی و مخلوط حلال های آلی و آبی نیز مناسب هستند. در این روش تصفیه شیمیایی نمونه بندرت مورد نیاز می باشد بطوریکه اندازه گیری غلظت انواع فلزات با اتمیک افسوربشن بسرعت و آسانی انجام می شود .

اصول علمی جذب اتمی به شرح زیر است :

اگر یک محلول شامل ترکیبات فلزی به داخل شعله مانند هوا – استیلن تزریق شود بخار اتمی از فلز تشکیل خواهد شد . طریقه انتشار نور بدین ترتیب است که در لامپ مخصوص ، بعضی از اتمهای فلز بیک سطح انرژی بالا رسیده و تشعشعات مخصوص آن فلز را منتشر می کنند .، پس از تزریق نمونه به دستگاه و تبدیل شدن یونهاى فلزی به اتم، اتمها قادر خواهند بود نور منتشر شده از منبع نور را که از میان شعله حاوی اتمهای عنصر عبور می نمایند جذب نمایند ، میزان جذب متناسب با تراکم اتمها در شعله می باشد .واتمهای یک عنصر بخصوص فقط می توانند تشعشعات طول موج مشخص خودشان را جذب نمایند بنابراین تداخلات طیفی که در روشهای انتشار مزاحم می باشند ندرتا اتفاق می افتد.

یک دستگاه اتمیک افسوربشن اسپکتروفتومتر شامل قسمتهای زیر می باشد:

- ۱- یک منبع نورانی که معمولا لامپی کاتدی و توخالی می باشد که کاتد آن از جنس عنصری که باید تعیین مقدار شود ساخته شده است داخل لامپ از گاز بی اثر آرگون یا نئون در فشار کم پر شده است .
- ۲- سیستم شعله که نمونه محلول با سرعت یکنواخت به داخل آن تزریق می شود ودرجه حرارت به اندازه کافی است تا بتواند بخار اتمی فلزات موجود در محلول را تولید نماید .عمومی ترین شعله مورد استفاده سیستم هوا – استیلن می باشد .
- ۳- یک مونوکروماتور که خطوط رزونانس مختلف را از هم جدا می کند و فقط نور یکنواخت عبور می دهد
- ۴- یک فتو مولتی پلایر (دستگاه تقویت کننده) که نور را تبدیل به انرژی نموده و شدت آنرا تقویت می کند

روش کار با دستگاه جذب اتمی

به علت اختلاف بین مدلها و ساخت دستگاه اتمیک ابسوربشن توسط کارخانجات سازنده آموزش يك روش فرموله شده قابل قبول برای طرز کار با هر وسیله امکان پذیر نمی باشد. ولی بطور کلی روش کار به ترتیب زیر می باشد .

۱- لامپ کاتدی فلزی را که می خواهید اندازه گیری کنید ، تعیین مقدار کنید، در دستگاه نصب کرده و طول موج آنرا تنظیم نمایید.

۲- عرض شکاف (دیافراگم) را بر طبق توصیه کارخانه سازنده دستگاه برای عنصری که اندازه گیری می شود تنظیم کنید.

۳- دستگاه را روشن نموده و مقدار جریان قرار دادی بوسیله کارخانه سازنده را برای لامپ کاتدی که بکار می بریم برقرار نمایید .

۴- فرصت دهید که دستگاه گرم شده و منبع انرژی ثابت شود .

۵- شعله پخش کن را نصب کنید.

۶- جریان هوا را برقرار نموده و میزان آنرا ، که توسط کارخانه سازنده جهت بدست دادن ماکزیم حساسیت برای فلزی که اندازه گیری می شود معین شده است ، تنظیم نمایید .

۷- جریان استیلن را برقرار نموده و میزان آنرا تا مقدار معین شده تنظیم کرده و شعله را روشن کنید.

۸- آب مقطر اسیدی شده با غلظت ۱/۵ میلی لیتر اسید نیتریک غلیظ خالص در لیتر بدخل دستگاه تزریق و سرعت تزریق را برای بیشتر از یک دقیقه کنترل کرده و صبر کنید ، چنانچه لازم باشد سرعت را بین ۳ تا ۵ میلی لیتر در دقیقه تنظیم نموده و دستگاه را صفر کنید

۹- شعله پخش کن را در حالت ایده ال تنظیم کنید

۱۰- اکنون دستگاه آماده برای کار می باشد .

۱۱- پس از اتمام آزمایش طبق دستورالعمل شرکت سازنده شعله خاموش نمایید.

منحنی های استاندارد : حد اقل سه غلظت مختلف از هر یک از استانداردهای فلزی انتخاب نمایید و هر یک از آنها را به داخل شعله تزریق نموده و میزان جذب آنها را ثبت کنید. منحنی کالیبراسیون را با توجه به جذب استانداردها در برابر غلظت آنها رسم می نمایم .

تجزیه نمونه و محاسبه غلظت فلزات در نمونه : اتمایزر را با تزریق آب مقطر حاوی اسید نیتریک شسته و دستگاه را صفر کنید سپس نمونه ها را تزریق نموده و جذب آنها را ثبت نمایید و غلظت یونهای فلزی را با توجه به مقدار جذبشان با مراجعه به منحنی کالیبراسیون مناسب تعیین مقدار کنید.

تداخلات : مزاحمت های اندازه گیری فلزات

از جمله مزاحمت های مهم تداخلات می باشند که شامل تداخلات شیمیایی، فیزیکی و تداخلات ماتریکس هستند .

تداخلات شیمیایی : تعداد اتمهای آزاد و همچنین درجه جذب در شعله به ضرایب مختلف بستگی دارد و تعادلی بین آنها برقرار است وقتی توسط عاملی تغییری در سیستم پدید آید و تعادل را بر هم بزند ، این عمل را تداخل شیمیایی گویند تداخل شیمیایی بر دو نوع است :

۱- تداخل آنیونی : که آنیونهای سولفات، فسفات، آلومینات و ترکیبات آنیونهای اکسیژن دار که مانع از اتم شدن یونهای فلزی میشوند و میزان جذب واقعی را کاهش می دهند .

۲- تداخل یونی : در شعله استیلن - اکسید نیترو که حرارت زیاد است بین اتمهای آزاد و غیر آزاد یک عنصر تعادلی وجود دارد ولی گاهی ترکیباتی که دارای پتانسیل یونیزاسیون پایین می باشند تعادل را بهم می زنند که این مزاحمت را میتوان با افزودن ترکیباتی که پتانسیل یونیزاسیون آن بالاتر از پتانسیل یونیزاسیون فلز مورد اندازه گیری می باشد خنثی نمود

تداخل فیزیکی : نظیر ویسکوزیته محلولها

تداخل ماتریکس : که در اندازه گیری فلزات در آلیاژها پدید می آید فرضاً در آلیاژی از پالادیوم که مقدار بسیار کمی آهن دارد ، هدف اندازه گیری آهن موجود در آن می باشد ولی بعلت زیاد بودن مقدار پالادیوم مزاحمت هایی تحت عنوان تداخل ماتریکس ایجاد می شود .

ضمیمه ۳

Checking correction of analysis

بررسی درستی و صحت آزمایشات شیمیایی

روشهای زیر برای بررسی و کنترل درستی و صحت آزمایشات پذیرفته شده است ، بویژه برای نمونه آب هایی که آنالیز کامل شده اند ، این آزمایشات شامل : pH ، هدایت الکتریکی ، کل جامدات محلول حل شده (TDS) ، آنیونها ، کاتیونهای اصلی آب که نشان دهنده کیفیت عمومی آب (general) می باشد . این بررسی ها انجام آزمایشات اضافی را نیاز ندارند . سه مورد از بر رسیها نیاز به محاسبه کل جامدات محلول و هدایت الکتریکی دارند .

- محاسبه کل جامدات محلول (TDS) با استفاده از مجموع اجزاء اندازه گیری شده بر حسب میلیگرم در لیتر به صورت زیر می باشد :

$$TDS=0,6(As \ CaCo_3 \ Alkalinity) + Na^+ + K^+ + Ca^{2+} + Mg^{2+} + Cl^- + SO_4^{2-} + SiO_3^{2-} + NO_3^- + F^-$$

- محاسبه هدایت الکتریکی:

$$G= C-(K1+K2)(C)^{3/2}$$

G=هدایت محلول نمک

C=غلظت محلول نمک

= هدایت معادل از محلول نمک در غلظتهای مختلف

K1 و K2=ثابتهای کاهش اثر ابر یونی و اثرالکتروفورتیک(القاء الکتریکی) مربوط به جنبش یونی

۱- بالانس کاتیون و آنیون: مجموع کاتیون و آنیون برحسب میلی اکیوالان در لیتر باید باهم مساوی باشد بعلا اینکه تمام آبهای آشامیدنی از نظر الکتریکی خنثی هستند . آزمایش براساس در صد اختلاف برطبق فرمول زیر می باشد

$$\text{انیون } \text{£} - \text{کاتیون } \text{£} \div \text{انیون } \text{£} + \text{کاتیون } \text{£} * 100 = \text{اختلاف درصد}$$

معیار قابل قبول مطابق با جدول زیر می باشد .

مجموع آنیونها بر حسب meq/L	در صد خطای قابل قبول
۰-۳	$\pm 0.2 \text{ meq/L}$
۳-۱۰	$\pm 2\%$
۱۰-۸۰۰	5%

۲- جامدات محلول اندازه گیری شده = جامدات محلول محاسبه شده

غلظت جامدات محلول اندازه گیری شده باید بیشتر از محاسبه شده آن باشد بعلمت اینکه عوامل شرکت کننده مهم ممکن است در محاسبات لحاظ نشوند .

اگر مقدار کل جامدات محلول اندازه گیری شده کمتر از کل جامدات محلول محاسبه شده باشد مجموع یون بالاتر و مقدار اندازه گیری شده مشکوک می باشد و نمونه ها باید مجدداً آزمایش شوند .

اگر غلظت جامدات محلول اندازه گیری شده بیشتر از 20% ، بالاتر از مقدار محاسبه شده آن باشد ، مجموع یون پایین مشکوک بوده و اجزاء انتخاب شده باید دوباره آنالیز شوند . نسبت قابل قبول مطابق فرمول زیر است :

$$\frac{\text{اندازه گیری شده TDS}}{\text{محاسبه شده TDS}} < 1/2$$

۳- هدایت الکتریکی محاسبه شده = هدایت الکتریکی اندازه گیری شده

اگر هدایت الکتریکی محاسبه شده بالاتر از مقدار اندازه گیری شده باشد، مجموع یونها بالاتر، دوباره آزمایش بر روی یونها انجام شود. اگر هدایت الکتریکی محاسبه شده کمتر از هدایت الکتریکی اندازه گیری شده باشد مجموع یونها پایین تر و باید دوباره آزمایش شوند معیار قابل قبول مطابق با فرمول زیر می باشد.

$$\frac{\text{محاسبه شده EC}}{\text{اندازه گيري شده EC}} < 1/1 \quad \text{و} \quad 0/9 <$$

مقدار هدایت الکتریکی برخی از یونها که عموماً در آب یافت می‌شوند در جدول زیر داده شده است .

یون	هدایت الکتریکی در ۲۵ °C برحسب میکرو زیمنس بر سانتیمتر	
	میلی گرم در لیتر	اکیوالان گرم در لیتر
بیکربنات	۰/۷۱۵	۴۳/۶
کلسیم	۲/۶	۵۲
کربنات	۲/۸۲	۸۴/۶
کلرید	۲/۱۴	۷۵/۹
منیزیم	۳/۸۲	۴۶/۶
نیترات	۱/۱۵	۷۱
پتاسیم	۱/۸۴	۷۲
سدیم	۲/۱۳	۴۸/۹
سولفات	۱/۵۴	۷۳/۹

۴- هدایت الکتریکی اندازه گیری شده و مجموع یونها :

هر دو حاصل جمع کاتیونها و آنیونها باید برابر $\frac{1}{100}$ مقدار EC اندازه گیری شده باشد اگر هر کدام از این دو حاصل جمع خارج از این معیار باشد آن جمع مشکوک بوده و نمونه مجدداً باید آزمایش شود. معیار قابل قبول مطابق با فرمول زیر می باشد :

$$EC(1/1 - 0/9) = \text{مجموع (آنیونها) یا (کاتیونها) برحسب } meq/L * 100$$

۵- نسبت کل جامدات محلول به هدایت الکتریکی محاسبه شده

اگر نسبت کل جامدات محلول محاسبه شده به هدایت الکتریکی زیر ۰/۵۵ برسد ، مجموع یون پایین تر مورد شك مي باشد، و آزمایش باید تکرار شود . اگر نسبت بالای ۰/۷ باشد مجموع یون بالاتر مشکوک می باشد ، آزمایش باید تکرار شود. اگر آزمایش مجدد سبب تغییراتی در مجموع یون پایین تر نشود ، اجزای اندازه گیری نشده ، مانند آمونیاک و نیتریت ممکن است در غلظتهای قابل توجهی وجود داشته باشند .

اگر یونهای کلسیم و سولفات دیسوسیه شود و بطور کمی ضعیفی وجود داشته باشند ، کل جامدات محلول ممکن ۰/۸ برابر بیشتر از EC شود . معیار قابل قبول بر طبق فرمول زیر می باشد.

$$\text{TDS} / \text{EC} = ۰/۵۵ - ۰/۷$$

۶- نسبت کل جامدات محلول اندازه گیری شده به EC معیار قابل قبول برای این نسبت بین ۰/۷ - ۰/۵۵ می باشد اگر نسبت کل جامدات محلول به EC خارج از این حدود باشد ، کل جامدات محلول اندازه گیری شده یا EC اندازه گیری شده مشکوک بوده و آزمایش مجدداً تکرار شود.

منابع مورد استفاده:

۱- standard Method For the Examination of Water and Wastewater

چاپ بیست و یکم ، سال ۲۰۰۵

۲- استاندارد ملی ۷۰۹۸ "هیپو کلریت کلسیم مورد مصرف در تصفیه آب برای مصارف

انسانی- ویژگیها و روشهای آزمون " چاپ اول، سال ۱۳۸۲