



دانشکده شیمی

دستور کار آزمایشگاه تصفیه آب و فاضلاب



نگارش: اکرم کریمی تبریز

صفحه	فهرست
۱	بخش اول: مقدمه
	منابع آب
	۱-۱ خواص آب
	۲-۱ کیفیت آب ها
	بخش دوم: آنالیز آب
۷	۱- اندازه گیری مقدار یون سولفات SO_4^{2-}
۹	۲- اندازه گیری یون کلرید (Cl^-) در آب
۱۱	۳- اندازه گیری کلر آزاد
۱۴	۴- اندازه گیری سختی کل
۱۶	۵- اندازه گیری یون کلسیم در آب
۱۷	۶- تعیین رسانایی الکتریکی آب
۱۹	۷- اندازه گیری باقی مانده تبخیر، TDS و SS
۲۱	۸- اندازه گیری قلیائیت و اسیدیتته
۲۶	۹- اندازه گیری فسفر در آب
۲۹	۱۰- اندازه گیری سدیم و پتاسیم در آب
۳۰	۱۱- اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (COD) آب
	۱۲- اندازه گیری اکسیژن محلول در آب (DO) و اکسیژن مورد نیاز
۳۳	بیوشیمیایی (BOD) آب
۳۹	۱۳- آزمایش جار
۴۲	۱۴- اندازه گیری نیترات و نیتريت

پیشگفتار:

شکر و سپاس بیکران پروردگار متعال را که توفیق تدوین این دستور کار را به من عطا نمود.

هدف کلی این دستور کار آشنا ساختن دانشجویان با روش های اندازه گیری گونه های مختلف در آب و پساب های صنعتی و کسب مهارت در کاربرد این روش هاست.

مراتب تشکر و قدردانی خود را از جناب آقای دکتر هادی پرستار و ویراستار محترم این کار آقای محمد حافظی کهنمویی که مرا در تالیف این دستور کار یاری دادند اعلام می نمایم.

اکرم کریمی تبریز

مهرماه ۹۸

مقدمه

۱-۱ منابع آب

آب حدود ۷۰٪ از حجم کره زمین آب، ضروری ترین عامل حیات و عمده ترین حلال شیمیایی است. بخش عظیمی از آب در اقیانوس ها قرار گرفته است. بخش دیگری از آب به صورت جامد در یخچال های مناطق قطبی موجود است. آب های سطحی در دریاچه ها و رودخانه ها جریان دارند و آب های زیرزمینی در ذخایر زیرزمینی قرار دارند. مقادیر دیگری از آب به صورت بخار در اتمسفر و ابرها وجود دارد.

آب مصرفی انسان بیشتر از آب شیرین منابع سطحی و زیرزمینی تامین می شود. ولی در برخی مناطق خشک از آبهای شور و نیمه شور نیز استفاده می شود.

یک سیستم تامین آب از سه قسمت منبع، تصفیه و توزیع و انتقال تشکیل شده است. آب از منابع در کانال های روباز یا روبسته، تحت فشار یا بدون فشار به تصفیه خانه منتقل و پس از تصفیه وارد شبکه توزیع آب می شود.

کیفیت آب های سطحی و زیرزمینی متفاوت است. آب های سطحی حاوی میکروارگانیسم ها، مواد معدنی و آلی محلول و معلق می باشند. آب های زیرزمینی ضمن عبور از لایه های مختلف زمین تا حدی صاف می شوند و در نتیجه مقدار مواد آلی و میکروارگانیسم ها کاهش می یابد ولی مقدار مواد معدنی افزایش می یابد. اغلب کیفیت و دمای آب های زیر زمینی ثابت تر از آب های سطحی است.

۱-۲ خواص آب

آب دارای خواص ویژه است که بدون این خواص حیات غیرممکن می شود. بسیاری از این خواص به دلیل پیوند هیدروژنی در آب است. ثابت دی الکتریک خیلی بالای آب تاثیر بسیار بالایی بر خواص آن به عنوان حلال دارد. آب مواد معدنی را با مقادیر مختلف به صورت محلول و معلق در می آورد. بسیاری از مواد آلی در آب حل شده یا به صورت کلویید در می آیند. ظرفیت حرارتی بالای آب علت تثبیت گرمای مناطق جغرافیایی است و از تغییرات ناگهانی دمای توده های آب جلوگیری می کند. ارتباط ویژه بین چگالی آب و دمای آن وجود دارد که مانع اختلاط لایه های مختلف آب در مناطق عمیق زمین می شود. چون حداکثر مقدار چگالی را که ۱/۰۰

است در دمای 4°C دارد که از دمای انجمادش بالاتر است، پس یخ در سطح آب شناور می ماند و توده های بزرگ آب در زیر قشر سطحی یخ به حالت مایع باقی می مانند.

رنگ، بو، طعم و کدورت از جمله خواص فیزیکی آب هستند. رنگ آب امکان دارد به علت مواد معدنی و آلی محلول باشد، که آن را برای مصارف شهری و برخی از صنایع نامناسب می گرداند. معمولاً رنگ آب به دلیل حضور یون های آهن (III) و منگنز (II) است، که در بسیاری از فرآیندهای صنعتی مانند نساجی، کاغذسازی و شستشوی لباس و پارچه به صورت آلودگی وارد آب می شوند. کدورت آب معمولاً در اثر وجود مواد آلی است که اغلب به صورت کلوییدی در آب وجود دارند و موجب اختلال در فرآیندهای تصفیه مانند انعقاد و گندزدایی و مانع عبور تابش نور خورشید می شوند. بو و طعم آب ناشی از عواملی مانند: وجود جلبک ها، تجزیه گیاهان آبی، ترکیبات ناشی از کلر زنی و نمک های محلول است.

وجود گازهای محلول در آب نقش اساسی در زندگی آبزیان دارد. خواص شیمیایی آب تابعی از مقدار و نوع مواد شیمیایی محلول در آب است. هرچه pH آب کمتر شود اثر خوردگی افزایش می یابد.

۱-۳ کیفیت آب ها

معمولاً آب های طبیعی دارای مقداری مواد شیمیایی محلول و میکروارگانیسم ها هستند. با توجه به مورد مصرف آب نوع و مقدار هر کدام و حد مجاز آن ها تغییر می کند (استاندارد شماره ۲۴۴۱ ایران). استانداردهای کیفی آب آشامیدنی توسط سازمان بهداشت جهانی تعیین می شود. کیفیت بیولوژیکی آب صنایعی مانند غذایی، دارویی، نساجی و چوب باید از آب آشامیدنی بهتر باشد، ویژگیهای میکرو بیولوژیکی آب آشامیدنی در استاندارد شماره ۱۰۱۱ ایران آورده شده است.

در جدول ۱ معیارهای عمومی کیفیت آب و در جدول ۲ نحوه گزارش دادن استاندارد آورده شده است، جدول ۲ را برای خود پرینت بگیرید و پاسخ هر آزمایش را در هر جلسه در آن ثبت کنید و در پایان ترم تحویل دهید:

جدول های ۱ و ۲:

جدول ۱. معیارهای عمومی کیفیت آب

حداکثر میزان مجاز (میکروگرم در لیتر)	پارامتر
۸,۵-۶,۵	pH
۷۵۰	کل جامدات محلول (TDS)
۵ (حداقل میزان مجاز)	اکسیژن محلول (DO)
۵	اکسیژن خواهی بیوشیمیایی ۵ روزه (BOD5)
۱	آمونیم (NH_4^+)
۴۵	نیترات (NO_3^-)
۴۰۰	کلیرم های مدفوعی
	فلزات سنگین:
۰/۱	آهن (Fe)
۰/۰۵	آرسنیک (As)
۰/۰۰۰۰۵	جیوه (Hg)
۵	روی (Zn)
۰/۰۵	سرب (Pb)
۰/۰۰۸	کادمیوم (Cd)
۰/۰۵	کروم (Cr)
۱	مس (Cu)
۰/۰۵	منگنز (Mn)
	ترکیبات سمی:
۰/۰۰۱	بی فنیل های پلی کلره (PCBs)
۵	سیانید (CN)
۱	فنتل
	سموم دفع آفات:
۰/۰۰۳	آلدین
۰/۰۰۴	اندین
۰/۰۰۳	اندوسولفان
۰/۰۴	پاراتیون
۰/۰۰۵	توکسافن
۰/۰۰۱	ددت (DDT)

۰/۱	دمتون
۰/۰۰۳	دیلدرین
۰/۰۱	کلردان
۰/۰۱	گاتیون
۰/۰۱	لیندین
۰/۱	مالاتیون
۰/۰۳	متوکسی کلر
۰/۰۰۱	میرکس
۰/۰۰۱	هپتا کلر

ملاحظات:

- در این چهارچوب، آب هایی که با معیارها مطابقت داشته باشند، از نظر حیات آبریان (باستثنای گونه های خیلی حساس)، حیات وحش، استفاده تفرجی، و مصارف کشاورزی و صنعتی مناسب بوده، و پس از ضدعفونی برای مصارف شهری نیز مناسب خواهند بود.
- در صورت مغایرت کیفیت طبیعی آب با معیارها، به کیفیت طبیعی استناد خواهد شد.
- علاوه بر معیارهای یاد شده، رنگ، بو، طعم، کدورت، دما، و بطور کلی ظاهر طبیعی آب، نباید در حد نامطلوبی تغییر کند.

Date:

Lab.Name: Water & Wastewater analysis Lab, SUT

Sample NO.	Parameter	Method of Analysis	Unit	Detection Limit	Amount
	Ph	ASTM D1293-94	--	--	
	TDS (Total Dissolved solid)	Internal Method	mg/L	0.01	
	Conductivity (EC)	ASTM D1125-95	$\mu\text{S/cm}$	0.01	
	Chloride (Cl^-)	ASTM D512-89	mg/L	8	
	Chlorine (Cl_2)	ASTM D1289-91	mg/L	5	
	Sulphate (SO_4^-)	ASTM D4130-99 ASTM D4327-97	mg/L	25 0.01	
	Calcium Hardness as CaCO_3^-	ASTM D1126-96	mg/L	2	
	Total Hardness as CaCO_3^-	ASTM D1126-96	mg/L	2	
	Alkalinity	ASTM D3875-97	mg/L	4	
	HCO_3^-	ASTM D3875-97	mg/L	2	
	CO_3^-	ASTM D3875-97	mg/L	2	
	OH^-	ASTM D3875-97	mg/L	2	
	COD (Chemical Oxygen Demand)	ASTM D1252-88	mg/L	50	
	Na	Flame Photometry	mg/L	1	
	K	Flame Photometry	mg/L	2	

	BOD ₁	ASTM D888-92	mg/L	2	
	BOD ₅	Lab.Manual	mg/L	2	
	Phosphorus	Spectrophotometry (Internal Method)	mg/L	0.5	
	Jar Test	ASTM D1889-94	NTU	0.05	

Head of laboratory:

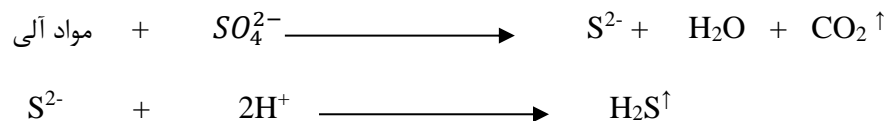
The Analyst:

۱- اندازه گیری مقدار یون سولفات SO_4^{2-}

هدف: تعیین مقدار یون سولفات به روش وزن سنجی

مقدمه

نمک های سولفات معمولاً حداکثر سهم و اهمیت را در رده مربوط به سولفیدها در پساب های صنعتی عهده دار هستند. اگر میزان یون سولفات در آب زیاد باشد باعث ایجاد طعم خاص در آب می شود. به این علت میزان این یون نباید از ۲۵ mg/L در آبهای آشامیدنی بیشتر باشد، وجود سولفات ها در آب هایی که مصارف صنعتی دارند مانند دیگ های بخار و لوله های آب گرم تولید جرم سخت می کنند و در ایجاد خوردگی دستگاه ها موثر است. یون سولفات به علت کاهش مواد آلی تحت شرایط غیر هوازی به هیدروژن سولفید تبدیل می شود.



سولفات های آب ممکن است به صورت نمک های سدیم، پتاسیم، منیزیم و کلسیم باشد، دو سولفات اخیر باعث سختی دائم آب می شوند. سولفات ها اگر به مقدار زیاد در آب یافت شوند، مزه آن را نامطبوع و موجب ناراحتی گوارشی می شوند.

در آب هایی که pH آن ها از ۸ بیشتر باشد، اکسیژن محلول در آب سولفیت ها را به سولفات ها تبدیل می کنند. پس برای اجتناب از بروز خطا آزمایش باید در pH حدود ۴/۵ انجام گیرد.

اندازه گیری سولفات در آب به سه روش انجام می گیرد:

۱- روش حجمی ۲- روش وزنی ۳- روش کدورت سنجی

روش وزن سنجی

مواد شیمیایی

کلریدریک اسید ۰/۰۱ مولار - باریم کلرید ۱۰٪ - نقره نیترات ۰/۰۱ مولار - شناساگر قرمز متیل

روش انجام آزمایش

۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب مورد نظر را با پیپت حبابدار بردارید، سپس ۱-۲ قطره شناساگر قرمز متیل به آن افزوده و قطره قطره HCl به آن بیافزایید تا pH آن به حدود ۵-۴/۵ برسد. سپس محلول حاصل را حرارت دهید تا به جوش آید. هنگام جوشیدن ۱۰ میلی لیتر محلول باریم کلرید ۱۰٪ به آن بیفزایید تا رسوب ظاهر شود. سپس رسوب را در حرارت 90°C - 80°C درجه سانتیگراد به مدت ۲ ساعت نگهدارید. رسوب حاصل را صاف کرده و با آب مقطر داغ شستشو دهید تا محلول زیر صافی یون کلرید نداشته باشد. (محلول زیر صافی را با محلول نقره نیترات امتحان کنید تا رسوبی ندهد). رسوب صاف شده را به همراه کاغذ صافی آن به یک بوته چینی که قبلاً توزین شده قرار داده و آن را در کوره 800°C قرار دهید. سپس بوته را در دسیکاتور قرار داده و پس از توزین مقدار SO_4^{2-} را بر حسب CaCO_3 mg در نمونه مجهول گزارش کنید. این روش برای تعیین غلظت سولفات بالاتر از 10mg/L مناسب می باشد.

۲- اندازه گیری یون کلرید (Cl^-) در آب

هدف : اندازه گیری یون کلرید به روش حجم سنجی

مقدمه

یون کلرید به مقادیر مختلف در آب های طبیعی و سطحی موجود است که منابع آن می تواند از سنگ ها یا از مواد طبیعی دیگر باشد. کلر در آب به صورت کلریدهای قلیایی و قلیایی خاکی یافت می شود، ولی به صورت آزاد در آبها وجود ندارد. ولی اگر آبهای آشامیدنی با ترکیبات کلردار مثل هیپوکلریت و مانند آن ضد عفونی شوند، کلر آزاد نیز در آب وجود خواهد داشت .

میزان متوسط یون کلرید در آبهای مختلف به قرار زیر است:

آب	یون کلرید (mg/L)
آب باران	۲ ppm
آب سطحی	۱۲ ppm
آب چشمه	۲۵ ppm
پساب رقیق	۷۰ ppm
پساب با غلظت زیاد	۵۰۰ ppm
آب دریا	۲۰۰۰۰ ppm

بعضی از آب ها با داشتن 250 mg/L کلرید دارای طعم شور می باشند و برخی دیگر با داشتن 1000 mg/L کلرید شور نبوده به این دلیل که کاتیون موجود در این گونه آبها متفاوت می باشد.

روش های مختلفی برای اندازه گیری کلرید متداول است:

۱- روش ولهارد : که اساس آن بوسیله رسوب دادن یون کلرید به صورت نقره کلرید و اندازه گیری یون نقره اضافی به وسیله تیتراسیون با پتاسیم تیوسیانات است . با این روش غلظت یون کلرید بیش از ۱۰ mg/L اندازه گیری می باشد.

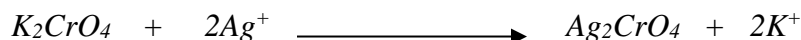
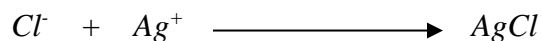
۲- روش مور : در این روش از نقره نیترات استاندارد در مجاورت شناساگر پتاسیم کرومات استفاده می شود. این روش وقتی آب دارای رنگ باشد قابل استفاده نیست و همچنین آب را باید قبلاً خنثی نموده و مواد آلی آنرا حذف نمود. غلظت مناسب برای این روش از ۰/۱۵ تا ۱۰ میلی گرم در لیتر کلرید می باشد.

۳- روش فایانس یا فاجانز : در این روش از نقره نیترات استاندارد در مجاورت شناساگر فلورسین استفاده می گردد که بر اساس جذب سطحی تغییر رنگ مشاهده می گردد.

۴- روش پتانسیومتری: که از الکتروود نقره استفاده می گردد. در این روش وجود آهن و سایر فلزات به شرطی که مقادیر آنها کمتر از یون کلرید باشد مزاحم اندازه گیری نخواهد بود.

اندازه گیری کلرید به روش مور

در این روش اندازه گیری کلریدها با استفاده از نقره نیترات استاندارد در محیط خنثی و در مجاورت شناساگر پتاسیم کرومات انجام می گیرد که این شناساگر با نقره نیترات در پایان عمل تولید رنگ قرمز آجری می نماید.



مواد شیمیایی

نقره نیترات ۰/۰۱ مولار - پتاسیم کرومات ۵٪

روش آزمایش

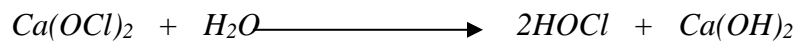
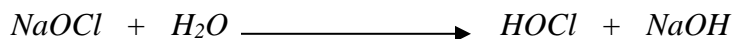
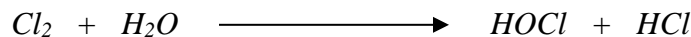
۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب را در ارلن ۲۵۰ میلی لیتری ریخته ،سپس به آن ۱ الی ۲ قطره پتاسیم کرومات اضافه کنید سپس آن را با محلول استاندارد نقره نیترات تا بوجود آمدن رنگ آجری تیتراسیون نمایید. همین آزمایش را بر روی ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر به عنوان شاهد تکرار کنید.

۳- اندازه گیری کلر آزاد

هدف: اندازه گیری میزان کلر آزاد باقی مانده پس از کلرزنی آب به روش ید سنجی

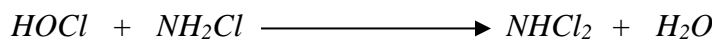
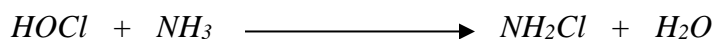
کلرزنی در انتهای فرآیند تصفیه آب و پساب به قصد ضد عفونی کردن انجام می گیرد. هدف اصلی از ضد عفونی کردن آب از بین بردن و یا غیرفعال کردن کلیه میکروارگانیسم ها است. ولی علاوه بر میکروب کشی، کلرزنی به منظور کاهش یا حذف مزه و بوی نامطبوع آب ها نیز به کار می رود. هم چنین با اکسایش آهن، منگنز و گاز هیدروژن سولفید موجود در آب موجب حذف آن ها می شود. به علاوه در رنگ بری و از بین بردن مواد آلی هم موثر است. در پساب های صنعتی، کلر معمولا برای از بین بردن سیانیدها و نیتريت ها به کار می رود.

کلر در صنعت به صورت گاز کلر یا ترکیبات کلردار نظیر سدیم هیپوکلریت (آب ژاول مایع) و کلسیم هیپو کلریت (پرکلرین جامد) مصرف می شود. کلر به هر شکل به محض تماس با آب به صورت های زیر هیدرولیز شده و تولید هیپو کلرواسید می نماید :



خاصیت ضد عفونی کنندگی کلر ناشی از همین هیدرولیز است. زیرا هیپوکلرواسید حاصل ، اثر میکروب کشی و خاصیت اکسید کنندگی دارد. مقدار HOCl بستگی به pH آب دارد. در صورتی که pH کمتر از ۵ باشد، کلر به صورت مولکولی خود یعنی Cl₂ در آب وجود دارد. اگر pH بین ۵ تا ۱۰ باشد، به صورت HOCl در آمده و در pH های بالاتر از ۱۰ به شکل هیپوکلریت OCl⁻ یونیزه می شود.

به مجموع غلظت Cl₂ ، Ca(OCl)₂ ، NaOCl ، HOCl و OCl⁻ کلر آزاد باقی مانده یا کلر آزاد می گویند. اما قسمتی از کلر تزریقی به آب و پساب در صورت وجود آمونیاک می تواند با آن ترکیب شده و کلرآمین ها را به وجود آورد :

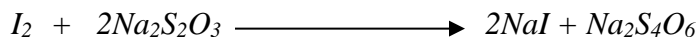
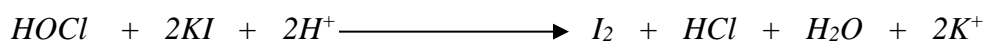


سرعت و پیشرفت این واکنش ها تابعی از pH و نسبت وزنی کلر به ازت است. کلرامین ها نیز خاصیت باکتری کشی دارند، هر چند که نسبت به کلر ضعیف تر عمل می کنند. به کلری که به صورت کلرامین در آمده باشد، کلر ترکیبی باقی مانده می گویند. مجموع کلر آزاد و کلر ترکیبی را کل کلرباقی مانده می نامند .

مقدار کلری که باید به آب اضافه گردد، مقداری است که بتواند باکتری ها را از بین برده و نیز هیدروژن سولفید را خارج کرده و آهن و منگنز را اکسید نماید. کلر علاوه بر ترکیبات معدنی فوق با مواد آلی موجود در آب هم واکنش می دهد. گاهی در پساب های شهری و صنعتی، ترکیبات کلرداری که از مواد آلی حاصل می شوند، باعث افزایش مصرف کلر می گردند. کلر مورد نیاز را می توان از اختلاف بین مقدار کلر اضافه شده به آب و کل کلر باقی مانده پس از زمان تماس معین به دست آورد.

کلر باقی مانده در آب توسط آزمایش شیمیایی تعیین می گردد، که برای آب آشامیدنی بایستی بین ۲,۰ - ۵,۰ mg/L باشد ولی برای آب استخر ۱۰ ppm استفاده می شود.

کلری که برای ضد عفونی کردن آب ها به کار برده می شود، بسته به pH آب به صورت Cl_2 یا $HOCl$ و یا OCl^- در می آید. اندازه گیری مقدار کلر آزاد در آب به روش یدسنجی انجام می گیرد. در این روش ابتدا با افزایش پتاسیم یدید اضافی، طی یک واکنش اکسایشی - کاهش، معادل کلر آزاد، ید تولید می شود. کلر در pH کمتر از ۸ یدید را به ید اکسید می کند. سپس با محلول استاندارد سدیم تیوسولفات، ید تولید شده در مجاورت محلول شناساگر نشاسته تیترا می شود. این واکنش در pH اسیدی انجام می گیرد. لذا از استیک اسید برای اسیدی نمودن محلول استفاده می شود.



مواد شیمیایی

پتاسیم یدید - استیک اسید غلیظ - نشاسته - سدیم تیو سولفات ۰/۰۱ مولار

روش کار

۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب را در یک ارلن ریخته و به آن ۱ گرم پتاسیم یدید اضافه کنید. پس از انحلال، زیر هود ۵ میلی لیتر استیک اسید غلیظ به آن افزوده، خوب به هم بزنید تا رنگ زرد ید ظاهر شود. حال ۲ میلی لیتر از محلول شناساگر نشاسته به آن بیافزایید و با سدیم تیوسولفات تا از بین رفتن رنگ آبی تیترا کنید.

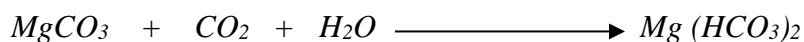
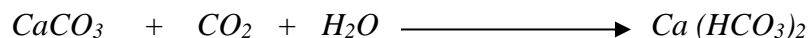
۴- اندازه گیری سختی کل

سختی آب ناشی از وجود کاتیون های کلسیم و منیزیم در آب است. هر چند که کاتیونهای دیگر مانند آهن و منگنز نیز می توانند تولید سختی کنند، ولی چون غلظت آنها در آب بسیار کم است، اصطلاحاً به مجموع کاتیونهای کلسیم و منیزیم سختی آب می گویند. در آب های طبیعی معمولاً غلظت کلسیم حدود دو برابر منیزیم است، در حالی که در آب دریا غلظت منیزیم حدود پنج برابر کلسیم می باشد. این یونها معمولاً به صورت بی کربنات، سولفات، و کلرید و نیترات در آب وجود دارند. آبی را که شامل مقدار زیادی نمکهای کلسیم و منیزیم باشد آب سخت و آبی مثل آب باران را که شامل مقدار فوق العاده کمی مواد حل شده باشد آب سبک یا نرم می نامند.

معمولاً سختی آب را می توان به صورت های زیر بیان کرد:

الف) سختی کل : مجموع غلظت کاتیونهای کلسیم و منیزیم

ب) سختی موقت یا سختی کربناتی: قسمتی از سختی آب است که به علت وجود بی کربنات های نظیر بی کربنات کلسیم و منیزیم است که در آب در اثر حرارت تجزیه می شوند و از حالت محلول به صورت غیر محلول در می آیند .



ج) سختی دائم یا سختی غیرکربناتی : قسمتی از سختی آب است که به علت وجود نمک های نیترات، کلرید، سولفات، سیلیکات و... از فلزات کلسیم و منیزیم در آب می باشد که در اثر حرارت (قبل از این که در اثر تبخیر به صورت اشباع در آیند) رسوب نمی کنند .

طبقه بندی درجه سختی آب بر حسب ppm کلسیم کربنات در زیر آورده شده است:

جدول زیر طبقه بندی درجه سختی آب

درجه بندی آب	سختی CaCO_3 (mg/L)
نرم - سبک	> 50
نسبتاً نرم	$50 - 100$
کمی سخت	$100 - 150$
نسبتاً سخت	$150 - 250$
سخت	$250 - 350$
خیلی سخت	> 350

مواد شیمیایی:

محلول بافر آمونیاک $\text{pH} = 10$ ، شناساگر E.B.T، محلول استاندارد 0/01 مولار EDTA

روش آزمایش

100 میلی لیتر از نمونه صاف شده را در یک ارلن مایر 250 میلی لیتری ریخته به آن 3-4 میلی لیتر از بافر $\text{pH} = 10$ بیفزایید. سپس مقدار کمی شناساگر جامد اریو کروم بلک T (EBT) به آن اضافه کرده و تیتراسیون را تا تغییر رنگ محلول از قرمز-بنفش به آبی رنگ (نقطه پایان تیتراسیون) ادامه دهید. سختی کل را برحسب mg/L کلسیم کربنات گزارش کنید.

۵- اندازه گیری یون کلسیم در آب

چون کمپلکس EDTA با Ca^{+2} پایدارتر از کمپلکس EDTA با Mg^{+2} است ابتدا EDTA با Ca^{+2} تشکیل کمپلکس می دهد. برای اندازه گیری سختی مربوط به کلسیم ابتدا با افزایش سود یون منیزیم به صورت $Mg(OH)_2$ استتار می شود. سپس Ca^{+2} توسط EDTA در حضور شناساگر موراکساید تیترومی گردد.

مواد شیمیایی:

سدیم هیدروکسید ۲ مولار - محلول استاندارد ۰/۰۱ مولار EDTA - شناساگر موراکساید

روش کار:

به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب از محلول سود ۲ مولار اضافه کنید تا pH محلول به ۱۴ برسد سپس یک سراسپاتول (مقدار بسیار کم) شناساگر موراکساید افزوده بلافاصله با محلول EDTA آن را تیترو نمایید. عمل تیتراسیون تا تغییر رنگ از قرمز ارغوانی به بنفش ادامه می یابد. سختی کلسیمی را بر حسب mg/L کلسیم کربنات گزارش کنید.

۶- تعیین رسانایی الکتریکی آب

هدف: تعیین رسانایی الکتریکی آب به کمک دستگاه رسانایی سنج

مقدمه

رسانایی الکتریکی آب (EC) نشان دهنده توانایی عبور جریان برق از آب است. آب کاملاً خالص هادی جریان برق نیست، ولی وقتی یون‌هایی به آب وارد شوند، باعث انتقال جریان برق می‌شوند. از این رو اندازه‌گیری رسانایی الکتریکی آب معیاری از غلظت نمک‌های موجود در آب یا کل مواد جامد محلول در آب (TDS) است. رسانایی الکتریکی عکس مقاومت الکتریکی است و چون واحد مقاومت الکتریکی اهم (ohm) است، از این رو واحد رسانایی الکتریکی مو یا (ohm^{-1}) یا (mho) می‌باشد. که امروزه زیمنس (s) نامیده می‌شود. البته زیمنس واحد بزرگی است و معمولاً از واحد کوچک تر میلی زیمنس (ms) و میکرو زیمنس (μs) استفاده می‌شود. رسانایی الکتریکی آب خالص در 25°C برابر $0.056 \mu\text{s}$ است. در آب تقریباً خالص، رابطه بین رسانایی الکتریکی و غلظت کل مواد جامد محلول در آب به صورت $\text{EC} = 2 \text{TDS}$ است. ولی وقتی غلظت ناخالصی‌ها در آب زیاد می‌شود، یون‌ها بر روی حرکت یکدیگر اثر منفی گذاشته و این رابطه دیگر صدق نمی‌کند. در واقع رابطه بین EC و TDS برای هر نمونه آب بسته به غلظت و نوع ناخالصی‌های موجود در آب متفاوت است. در آب‌های آشامیدنی رابطه (۲) صادق است .

$$\text{TDS (mg/l)} = 0.7 \text{ EC } \mu\text{s/cm}$$

به کمک این رابطه می‌توان با اندازه‌گیری رسانایی الکتریکی آب (EC) بر حسب $\mu\text{s/cm}$ ، TDS را تخمین زده و نتایج آزمایشات آب را کنترل نمود.

رسانایی الکتریکی بر روی سرعت خوردگی آب موثر است، به طوری که با افزایش EC یا TDS سرعت خوردگی آب افزایش می‌یابد. به عبارتی دو نمونه آبی که از لحاظ اکسیژن و pH در شرایط یکسان باشند، آن که EC بیشتری دارد، تمایل به خوردگی بیشتری دارد.

رسانایی ویژه آب نسبت به درجه حرارت و غلظت یون‌های آب متغیر است. طبق قرارداد اندازه‌گیری رسانایی الکتریکی آب در 25°C انجام می‌شود. رابطه رسانایی اندازه‌گیری شده با رسانایی ویژه برای هر سلول رسانایی سنج طبق معادله (۳) به دست می‌آید :

$$(3) \quad G = K \left(\frac{A}{L} \right)$$

مقدار ثابت A/L ، ثابت سل نامیده می شود. ثابت سل از طریق اندازه گیری رسانایی الکتریکی (G) برای محلولی که رسانایی ویژه (K) آن معلوم است، به دست می آید. معمولا از محلول پتاسیم کلرید با غلظت معین در دمای $25^{\circ}C$ استفاده می شود.

مواد شیمیایی

محلول پتاسیم کلرید با غلظت معین (مثلا ۰/۰۱ مولار)

روش آزمایش

ابتدا حدود ۵۰ میلی لیتر محلول ۰/۰۱ مولار KCl تهیه کنید. سپس آن را در بشر کوچک در حمام ترموستات دار در دمای $25^{\circ}C$ قرار دهید. پس از رسیدن به تعادل دمایی، رسانایی الکتریکی آن را به کمک دستگاه رسانایی سنج به دست آورید. حال به کمک مقادیر رسانایی ویژه KCl از جدول ۱-۲، ثابت سل را محاسبه کنید.

جدول ۱-۲- رسانایی ویژه محلول های KCl در دمای $25^{\circ}C$

رسانایی ویژه ($\mu\text{s}/\text{cm}$)	مولاریته KCl
۱۲۹۰۰	۱
۱۴۱۳	۰/۰۱
۱۴۷	۰/۰۰۱
۹,۱۴	۰/۰۰۰۱

محاسبه

پس از تعیین ثابت سل، رسانایی ویژه نمونه آب را در دمای $25^{\circ}C$ محاسبه کنید.

۷- اندازه گیری باقی مانده تبخیر، TDS و SS

هدف: اندازه گیری باقی مانده تبخیر، TDS و SS در آب پس از تبخیر و توزین نمونه آب

مقدمه

مواد جامد موجود در آب (محلول و نامحلول) بعد از تبخیر آب و خشک شدن در درجه حرارت 105°C به صورت ماده جامدی در ظرف تبخیر باقی می ماند که " باقی مانده تبخیر" نامیده می شود و مجموعه ای از مواد معدنی و آلی حل شده و مواد کلوییدی و معلق در آب هستند. اگر نمونه آب قبل از تبخیر با صافی مناسب صاف شود، باقی مانده به دست آمده معرف مواد جامد محلول TDS خواهد بود. ولی اگر نمونه بدون صاف شدن، تبخیر شود، باقی مانده شامل مواد معلق نیز خواهد بود که آن را کل مواد جامد TS می نامند. اختلاف این دو مقدار، مواد جامد معلق SS را نشان می دهد.

اغلب مواد موجود در آب های آشامیدنی به صورت نمک های معدنی هستند. مقدار کم بعضی از این نمک ها در آب نه تنها برای انسان زیان بخش نیست، بلکه لازم است. اما در صورت وجود مقدار بیش از حد مجاز، مشکلاتی برای انسان به وجود می آورد. آب های سطحی به طور کلی دارای مواد حل شده کمتری نسبت به آب های عمقی می باشند. در پساب ها مقدار مواد کلوییدی و معلق با افزایش آلودگی، افزایش می یابد. TDS شاخص خوبی برای تشخیص کیفیت کلی آب است. TDS آب های آشامیدنی از ۲۰ تا ۱۰۰۰ میلی گرم در لیتر می باشد. ولی حد مطلوب قابل قبول ۵۰۰ میلی گرم در لیتر است.

اندازه گیری TDS

برای اندازه گیری TDS، نمونه آبی را که از کیف صافی دار عبور داده شده و مواد معلق و کلوییدی آن گرفته شده است، به عنوان نمونه انتخاب کرده، حجم مشخصی از آن را در یک ظرف تبخیر دقیقاً وزن شده، ریخته و درروی حمام بخار آب تبخیر و خشک می کنند. تفاوت وزن ظرف خالی قبل از ریختن نمونه و ظرف پس از خشک شدن نمونه، وزن کل مواد جامد محلول در آب را نشان می دهد که اگر بر حجم نمونه آب تقسیم شود، TDS بر حسب میلی گرم در لیتر یا ppm به دست می آید. این روش برای اندازه گیری TDS آب آشامیدنی، آب شور و پساب خانگی و صنعتی مناسب می باشد. توجه شود که تبخیر باید در دمای پایین تر از

درجه حرارت جوش انجام گیرد. چون ضمن تبخیر ممکن است تغییراتی در ترکیب شیمیایی مواد در اثر حرارت بالا ایجاد شود.

وسایل لازم

ظرف تبخیر، حمام بخار آب، آون، دسیکاتور

روش آزمایش

۲۵ میلی لیتر از نمونه آب صاف شده را به ظرف تبخیری که قبلاً در دمای 105°C خشک شده و پس از سرد شدن در دسیکاتور، توزین شده است، منتقل کنید. آن را روی حمام بخار آب قرار دهید تا تبخیر شود. ظرف را به مدت یک ساعت در آون با دمای 105°C قرار دهید. پس از سرد شدن در دسیکاتور، آن را وزن کنید.

اندازه گیری SS

در غالب دستورکارها برای اندازه گیری مواد معلق در آب، علاوه بر روش ذکر شده که از تفاوت TDS با TS به دست می آید، روش کار مستقلی توصیه می شود. در این روش نمونه را توسط یک قیف صافی دار که قبلاً خشک و توزین شده است، صاف کرده و باقی مانده صاف شده را با صافی در دمای 105°C خشک می نمایند تا به وزن ثابت برسد. سپس از روی اختلاف وزن صافی قبل و بعد از صاف کردن، مقدار مواد معلق در آب بر حسب میلی گرم در لیتر به دست می آید.

وسایل لازم

صافی قیف دار، دستگاه خلاء، آون، دسیکاتور

روش آزمایش

یک قیف صافی دار از نوع Glass fiber filter را در آون در دمای 110°C به مدت ۱۰ دقیقه قرار دهید. پس از سرد شدن در دسیکاتور، آن را وزن کنید. ۲۵ میلی لیتر از آب نمونه را خوب هم زده و از آن صافی عبور دهید. صافی را به دستگاه خلاء وصل کنید تا آب آن کاملاً گرفته شود. این بار صافی را در آون 105°C خشک نموده و بعد از سرد کردن در دسیکاتور، آن را توزین نمایید. این کار را تکرار کنید تا وزن ثابت به دست آید.

۸- اندازه گیری قلیائیت و اسیدیت

۸-۱ اندازه گیری قلیائیت

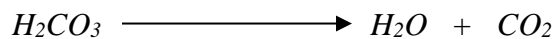
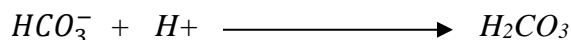
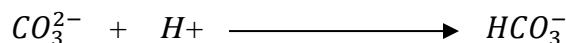
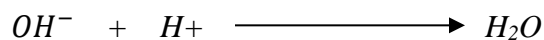
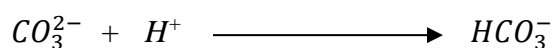
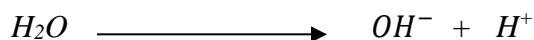
قلیائیت آب نمایانگر ظرفیت آب برای خنثی کردن اسید افزوده شده است و هر چه قلیائیت آب بیشتر باشد ظرفیت بافری آن بیشتر است. اسیدیت و قلیائیت آب مکمل یکدیگرند. اسیدیت نشانگر pH آب و قلیائیت معرف مقاومت آب در برابر تغییرات pH است. قلیائیت آب طبیعی معمولاً برابر مجموع غلظت آنیونهای بی کربنات، کربنات و هیدروکسید است. غلظت سایر آنیونها در مقایسه با غلظت این سه آنیون قابل صرف نظر کردن هستند. در تصفیه آب، علاوه بر غلظت مجموع این سه آنیون، دانستن غلظت هر یک از آنها نیز مهم می باشد. بنابراین با اندازه گیری دو نوع قلیائیت، غلظت هر یک از سه آنیون تشکیل دهنده قلیائیت مشخص می شود:

۱- قلیائیت ساده یا قلیائیت نسبت به فنل فتالین

۲- قلیائیت کل یا قلیائیت نسبت به نارنجی متیل

باید توجه داشت که قلیائیت نسبت به فنل فتالین در pH= ۸/۳ و نسبت به نارنجی متیل در pH= ۴/۵ مشخص می گردد.

در مرحله قلیائیت ساده یا قلیائیت نسبت به فنل فتالین واکنشهای زیر صورت می گیرد:



در آبهای سطحی طبیعی معمولاً قلیائیت ساده وجود ندارد و قلیائیت کل نیز کم است. آب چاهها معمولاً دارای قلیائیت کل بیشتری از آبهای سطحی هستند و همانند آبهای سطحی فاقد قلیائیت ساده می باشند. قلیائیت آب های آشامیدنی و صنعتی مربوط به وجود یونهای CO_3^{2-} ، HCO_3^- ، فسفات، بورات و هیدروکسید است. قلیائیت کارخانجات تولید کننده مواد پاک کننده باید کنترل شود زیرا باعث رسوب کربناتها می شود.

تعیین قلیابیت آب عامل مهمی در تصفیه آب به شمار می رود زیرا مواد منعقد کننده ای که برای شفافیت آب به کار می روند احتیاج به محیط به حد کافی قلیائی دارند تا فرایند تصفیه آب درست صورت گیرد. در صورت پایین بودن قلیابیت با افزایش سدیم کربنات این کاهش جبران می شود .

قلیابیت به وسیله تیتراسیون نمونه آب با محلول استاندارد کلریدریک اسید یا سولفوریک اسید تعیین می شود. قلیابیت نسبت به شناساگر فنل فتالئین در $\text{pH} = 8/3$ و قلیابیت نسبت به شناساگر نارنجی متیل در $\text{pH} = 4/5$ تعیین میگردد. قلیابیت نسبت به شناساگر فنل فتالئین را قلیابیت ساده و قلیابیت نسبت به شناساگر نارنجی متیل را قلیابیت کل می نامند.

مواد شیمیایی

شناساگر فنل فتالئین - شناساگر نارنجی متیل - کلریدریک اسید یا سولفوریک اسید ۰/۰۱ مولار

روش آزمایش

به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه مورد آزمایش ۱ قطره شناساگر فنل فتالئین اضافه کنید. اگر pH محیط بالاتر از ۸/۳ باشد، محلول به صورتی تغییر رنگ می دهد که در این صورت تیتراسیون را با افزایش کلریدریک اسید یا سولفوریک اسید ۰/۰۱ مولار انجام دهید تا رنگ از بین برود. قلیابیت فنول فتالئین را بر حسب mg/L کلسیم کربنات گزارش کنید.

اگر pH نمونه کمتر از ۸/۳ باشد، در این صورت پس از افزایش شناساگر فنول فتالئین تغییر رنگ رخ نخواهد داد و این یعنی اینکه نمونه قلیابیت فنول فتالئین ندارد. در این صورت به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب ۲ قطره شناساگر متیل اورانژ افزوده و آن را با کلریدریک اسید یا سولفوریک اسید ۰/۰۱ مولار تا ظهور رنگ قرمز گلی تیتتر کنید. مقدار قلیابیت کل یا قلیابیت متیل اورانژ را بر حسب mg/L کلسیم کربنات گزارش کنید.

۸-۲ تعیین اسیدیته

هدف: تعیین اسیدیته به روش حجم سنجی

خاصیت اسیدی و بازی آب در نتیجه تفکیک آب به یونهای H^+ و OH^- در اثر انحلال اسید و باز در آب و یا هیدرولیز گونه های حل شونده در آب حاصل می شود. pH آب کمیته است که قدرت اسیدی یا بازی آب را مشخص می کند و از رابطه $pH = -\log[H^+]$ به دست می آید. pH آب از این جهت مهم است که می تواند نشانگر این باشد که آب از چه نوع قشرهایی عبور کرده است.

اسیدیته، عبارت است از ظرفیت آب برای خنثی کردن یون هیدروکسید OH^- و ناشی از حضور اسیدها در آب است. اسیدیته به طریق تیتراسیون با باز قوی تا نقطه تغییر رنگ شناساگر فنل فتالین $pH = 8/3$ و شناساگر نارنجی متیل $pH = 4/5$ اندازه گیری می شود. آب به جز در حالت های آلودگی شدید، اسیدی نمی شود. باید توجه شود که اسیدیته با قدرت اسیدی دو مفهوم متفاوتند. رابطه بین اسیدیته و قدرت اسیدی بستگی به ثابت تفکیک اسید موجود در آب دارد. به طوری که اسیدیته برای یک اسید قوی با یک اسید ضعیف در غلظت های یکسان، برابر است. برای مثال اسیدیته ناشی از حضور نیتریک اسید و استیک اسید $1 M$ را مقایسه کنید. حجم سود مصرفی برای آن دو یکسان خواهد بود، ولی قدرت اسیدی یعنی pH برای آن دو متفاوت است.

برخی از پساب های صنعتی حاوی یون های فلزی اسیدی یا بعضی از اسیدهای قوی هستند. در این گونه موارد، محاسبه اسیدیته در تعیین مقدار آهک برای خنثی کردن، ضرورت دارد.

pH آبهای طبیعی در حدود ۸-۶ است. هرچند، آبی که دارای غلظت زیادی از کربن دی اکسید باشد، pH پایین تری خواهد داشت. بسیاری از واکنشهای شیمیایی و بیولوژیکی که در آب انجام می گیرد به وسیله pH قابل کنترل است. معمولا آبهای طبیعی که برای مصرف خوراکی استفاده می شوند، دارای pH حدود ۷ هستند. pH برای برخی از چشمه های معدنی قلیایی تا ۱۱ و چشمه های اسیدی گرم تا ۴/۸ می رسد.

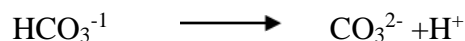
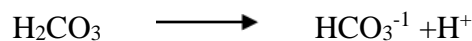
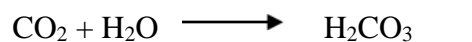
از آنجا که pH نشانگر غلظت نسبی اسیدی و بازی آب است بنابراین در تولید رسوب و ایجاد خوردگی فوق العاده مهم می باشد. pH پایین آب باعث خوردگی بیشتر دستگاههایی که در تماس با آن هستند می گردد. pH بالا باعث ته نشین شدن کلسیم کربنات از محلول و در نتیجه تولید رسوب، در لوله ها و دستگاههای تبادل حرارتی و مسیلهایی که آب از آن عبور می کند، می گردد.

pH عامل مهمی در خوردگی فلزات است. خوردگی فلزات توسط آب با pH اسیدی در تمام سطوح انجام می گیرد. بنابراین این کنترل pH بسیار مهم می باشد به عنوان نمونه هر چه pH آب پایین تر از ۷ باشد حلالیت آهن در آب بیشتر می شود، از این رو در صنایع مختلف برای جلوگیری از خوردگی آب، pH آب را بالاتر از ۷ تنظیم

می کنند. سرعت خوردگی ناشی از اسیدی بودن آب با افزایش دما افزایش می یابد، بنابراین در دماهای زیاد ، بالا نگهداشتن pH آب کاملاً ضرورت دارد .

روش ساده برای جلوگیری از چنین خوردگی اسیدی آب ، خنثی کردن اسید با یک باز می باشد. معمولاً در تصفیه آب دیگهای بخار سدیم کربنات و سدیم هیدروکسید برای این منظور به کار می روند. تجربه نشان داده است که بجز مواردی خاص بهتر است که pH آب دیگهای بخار حداقل حدود ۶/۱۰ باشد (معمولاً pH آب داخل دیگ بخار مطابق سایر مشخصات دیگر توسط سازنده مشخص و تعیین می گردد که باید دقیقاً مورد توجه قرار گیرد)، این pH به اندازه کافی بالاست که از خوردگی اسیدی جلوگیری کند .

خواص اسیدی آب را به وجود CO₂ و یونهای HCO₃⁻¹ و نمکهای Al₂(SO₄)₃ و Fe₂(SO₄)₃ نسبت می دهند. در بسیاری از آبهای آشامیدنی تعادلی بین کربنات ها و بی کربنات ها و گاز CO₂ وجود دارد .



مواد شیمیایی

محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۰۲ M - شناساگر نارنجی متیل - شناساگر فنل فتالین - محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۱ M

روش آزمایش

حجم نمونه آب مورد آزمایش باید حدود ۱۰۰ میلی لیتر باشد چون که شدت تغییر رنگ در انتهای عمل با این مقدار نمونه بیشتر خواهد بود. با اضافه کردن یک قطره محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۱ M کلر آزاد

باقیمانده در نمونه را از بین ببرید. اسیدیتته را می توان با استفاده از شناساگر نارنجی متیل یا فنل فتالئین اندازه گیری نمود:

۱- تعیین اسیدیتته با استفاده از شناساگر نارنجی متیل : ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب مورد آزمایش را در یک ارلن مایر بریزید و ۳-۴ قطره شناساگر نارنجی متیل به آن اضافه نموده آن را با سود $0.02M$ تیترا نمایید تا رنگ نارنجی کم رنگی که مشخص کننده $pH = 4/5$ است ظاهر گردد .

۲- تعیین اسیدیتته با استفاده از شناساگر فنل فتالئین : به ۱۰۰ میلی لیتر از نمونه آب در یک ارلن مایر، ۲ قطره شناساگر فنل فتالئین اضافه کنید و با محلول سود $0.02M$ تا ایجاد رنگ ثابت ارغوانی کم رنگ تیترا کنید.

۳- تعیین اسیدیتته با استفاده از شناساگر فنل فتالئین در حرارت جوش: به ۱۰۰ میلی لیتر نمونه آب در یک ارلن مایر ۲ قطره شناساگر فنل فتالئین اضافه نموده و به مدت دو دقیقه آن را بجوشانید و سپس به وسیله محلول سود $0.02M$ تا ایجاد رنگ ثابت ارغوانی کم رنگ، آن را تیترا نمایید. مقدار اسیدیتته را برحسب میلی گرم کلسیم کربنات گزارش کنید.

۹- اندازه گیری فسفر

هدف: تعیین فسفر به روش رنگ سنجی

فسفر در غالب آبهای طبیعی به صورت فسفات مشاهده می شود. در تمام آبهای سطحی و منابع آبی میکروارگانسیم های آبی وجود دارند که فسفات ها از عوامل ضروری زندگی و فعالیت های آن ها می باشند. با رشد این موجودات مشکلاتی در این سیستم بوجود می آیند. بنابراین باید میزان فسفر در آب محدود باشد که حدود آن 0.05 mg/L و یا $5 \mu\text{g/L}$ است.

در پساب های شهری و پسابهای صنعتی میزان ترکیبات فسفر دار زیاد می باشند. قبل از تولید شوینده ها که حاوی مقدار زیادی پلی فسفاتها هستند پساب های شهری حاوی 2 mg/L تا 3 mg/L فسفر بودند، ولی امروزه در اثر پساب های حاصل از کارخانجات مختلف بخصوص کارخانجات سازنده شوینده ها 12 تا 13 درصد فسفر یا حتی بیش از 50 درصد پلی فسفات هستند. که این پسابها منبع خوبی برای تکثیر میکروارگانسیم های گیاهی از جمله جلبکها هستند.

پلی فسفاتها و همچنین ترکیبات آلی فسفردار در اثر افزایش اسید و حرارت به ارتوفسفات تبدیل می شوند که ارتوفسفاتهای حاصله بوسیله روش های وزنی یا حجمی و یا رنگ سنجی اندازه گیری می شوند. روش وزنی وقتی میزان فسفر زیاد باشد و روش حجمی برای غلظت بیش از 50 میلی گرم در لیتر مناسب هستند، ولی دقیق ترین روش استفاده از روش رنگ سنجی می باشد.

سه روش رنگ سنجی وجود دارد که اساس هر 3 آزمایش یکسان بوده ولی رنگ ایجاد شده و مواد مصرفی متفاوت می باشند.

بطور کلی در روش رنگ سنجی واکنش زیر انجام می گیرد:



وقتی غلظت فسفر در محیط زیاد باشد رسوب آمونیم فسفو مولیبدات تشکیل می شود که به رنگ زرد می باشد و می توان آن را صاف نموده از طریق اندازه گیری حجمی آن را تعیین نمود ولی اگر غلظت فسفر کم باشد یعنی زیر 30 mg/L باشد محلول آمونیم وانادات افزوده شده تولید فسفووانادو مولیبدات می کند که کمپلکس تشکیل شده دارای رنگ زرد بوده و قابل اندازه گیری به روش رنگ سنجی می باشد. این روش تا حد 1 mg/L فسفر یا کمتر قابل استفاده می باشد. اسکوربیک اسید و یا قلع (II) و کلرید هم به عنوان عامل احیاء کننده هستند فسفرمولیبدات را به کمپلکس رنگی آبی مولیبدن تبدیل می کند، که در طول موج های مختلف میزان

جذب آن اندازه گیری می شود. چون ممکن است فسفر به صورت ترکیبات آلی همراه سایر ترکیبات باشد لازم است نمونه قبلا هضم شود تا فسفر آلی اکسید شود. برای این کار پلی فسفات ها و ترکیبات آلی فسفر دار در اثر حرارت و اسید به اورتوفسفات و فسفر معدنی تبدیل شده وکل فسفر تعیین می شود. مقدار فسفر معدنی موجود نیز با آزمایش جداگانه اندازه گیری شده از تفاضل این دو فسفر آلی تعیین می شود.

فسفر آلی = فسفر معدنی - کل فسفر

سه روش هضم موجود است:

۱- با استفاده از اسید پر کلریک

۲- با استفاده از نیتریک اسید و سولفوریک اسید

۳- با استفاده از پر سولفات

بعد از هضم نمونه نیز سه روش رنگ سنجی موجود است که انتخاب هر روش بستگی به غلظت فسفر موجود در نمونه دارد:

۱- روش استفاده از فسفو وانادو مولیبدات برای غلظت های $1-20 \text{ mg/L}$ فسفر مناسب است. طول موج مورد استفاده از $470-400 \text{ nm}$ می باشد که بستگی به غلظت فسفر دارد.

۲- روش قلع (II) کلرید: برای غلظت های از $2-0.07 \text{ mg/L}$ فسفر مناسب است. طول موج مورد استفاده 690 nm می باشد.

۳- روش استفاده از اسکوربیک اسید برای غلظت های از $2-0.1 \text{ mg/L}$ فسفر مناسب است. طول موج مورد استفاده 880 nm می باشد.

مواد شیمیایی:

۱- اسید سولفوریک (۱:۷) (یک حجم اسید + هفت حجم آب)

۲- معرف فسفر

الف (مقدار $32,96 \text{ g}$ آمونیوم مولیبدات $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ را در 400 میلی لیتر آب مقطر حل کنید.

ب) مقدار ۱,۳ g آمونیوم وانادات NH_4VO_3 را در ۴۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید.

ج) محلول (الف) و (ب) را مخلوط کرده و به حجم ۲L برسانید.

روش کار

نمونه مورد نظر را به حجم برسانید و مقدار ۱۰mL از آن را در یک بالن ۱۰۰mL بریزید. همراه با آن یک محلول شاهد و ۲-۳ محلول استاندارد فسفر نیز تهیه نمایید. به هر یک از آنها ۵ mL سولفوریک اسید (۱:۷) و ۲۵ mL معرف فسفر اضافه کنید. بالن ها را به حجم رسانده و هم بزنید و بعد از ۲۰ دقیقه در طول موج ۴۲۰nm با اسپکتروفتومتر جذب آنها را بخوانید و با رسم منحنی کالیبراسیون جذب نسبت به غلظت استاندارد ها، غلظت فسفر (P) را در نمونه مجهول بر حسب mg/L گزارش کنید.

۱۰- اندازه گیری سدیم و پتاسیم در آب

هدف: تعیین سدیم و پتاسیم در آب توسط طیف بینی نشر اتمی

روش متداول برای تعیین فلزات قلیایی و قلیایی خاکی در آبهای معدنی براساس طیف نشری مشخصه این عناصر که در شعله هوا- گاز طبیعی تولید می شود، استوار است. برای تجزیه این عناصر از بافرهای تابشی استفاده می شود تا اثر هر یون را بر روی شدت نشر عناصر دیگر به حداقل برسانند. بافر تابشی ماده ای است که به مقدار اضافی هم به نمونه و هم به استانداردها در طیف بینی اتمی افزوده می شود تا اثر گونه ماتریس را ناچیز کند و بنابراین تداخل را به حداقل برساند.

مقدار سدیم و پتاسیم موجود در نمونه در این آزمایش با دستگاه فتومتر شعله و به روش افزودن استاندارد (Standard Addition) اندازه گیری می شود. طول موج نشر شده برای سدیم ۵۸۷/۶ nm و برای پتاسیم ۷۶۴nm است. شدت نور نشر شده تابعی از غلظت است.

مواد شیمیایی

محلول استاندارد ۲۰۰ ppm پتاسیم

محلول استاندارد ۱۰۰ ppm سدیم

روش آزمایش

در ۵ بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری، مقدار ۵۰ میلی لیتر از نمونه وارد کنید سپس به ترتیب حجم های ۰، ۲، ۴، ۶ و ۸ از محلول استاندارد کاتیون مورد اندازه گیری (سدیم و یا پتاسیم) را اضافه کنید و با آب مقطر به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید. شدت نشر محلول های آماده شده را با وارد کردن آنها در دستگاه فتومتر شعله ای و با انتخاب فیلتر مناسب اندازه بگیرید، برای هر کدام حداقل سه اندازه گیری انجام دهید. بین هر سری اندازه گیری، آب مقطر به داخل شعله بپاشید. مقادیر میانگین را برای نشر زمینه تصحیح کنید و با رسم منحنی درجه بندی، غلظت نمونه داده شده را بر حسب mg/L گزارش کنید.

۱۱- اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز شیمیایی (COD) آب

هدف: تعیین COD آب یا پساب به روش تیتراسیون

آلاینده های آلی آب ممکن است باعث بو، رنگ و طعم نامطبوع آب شوند. به خاطر تنوع زیاد مواد آلی، چند آزمایش شاخص برای تعیین غلظت مواد آلی وجود دارند^۱ COD, TOD, TOC و BOD از شاخص های مهم آلودگی آب و پساب به مواد آلی هستند.

TOD^۲ کل اکسیژن مورد نیاز برای اکسایش مواد آلی موجود در نمونه آب است. اگر فرمول ماده آلی در نمونه آب مشخص باشد، می توان به صورت نظری محاسبه کرد و آن را با ThOD^۳ نشان می دهند. از طرف دیگر ثابت شده است که COD به ThOD بسیار نزدیک است و غلظت مواد آلی در آب را بیان می کند.

COD برابر با مقدار اکسیژن مورد نیاز برای اکسایش شیمیایی مواد آلی موجود در نمونه آب است. آزمایش COD برای اندازه گیری مقدار مواد آلی در آب و پساب به کار می رود و شدت آلودگی آلی را بیان می کند. در طی آزمایش COD مواد آلی بدون توجه به منشأ آن ها به دی اکسید کربن و آب تبدیل می شوند، که به سادگی توسط تیتراسیون نمونه آب با پتاسیم دی کرومات که یک اکسنده نسبتاً قوی برای مواد آلی است، تعیین می شود. تعیین COD توسط پتاسیم پرمنگنات هم انجام پذیر است. ولی به دلیل این که اکسایش برخی از مواد آلی با آن به طور جزئی صورت می گیرد. تعیین COD با پتاسیم پرمنگنات فقط برای آب های آشامیدنی و سطحی که آلودگی آن ها اندک است، استفاده می شود.

تعیین COD

هر چند که BOD^۴ باید یک شاخص واقعی از مواد آلی موجود در آب باشد، ولی سنجش وقت گیری است. در مقابل COD که اندازه گیری آن به سهولت انجام می گیرد، شاخص بهتری برای تعیین غلظت مواد آلی است. تعیین COD به روش تیتراسیون با پتاسیم دی کرومات انجام می گیرد. زیرا یون دی کرومات بسیاری از مواد آلی را به طور کامل به CO₂ و H₂O اکسید می کند. اکسایش در حضور مقدار زیادی از اکسنده انجام شده و مقدار اضافی آن با محلول استاندارد Fe²⁺ اندازه گیری می شود. برای کامل شدن اکسایش، واکنش باید در دمای زیاد و محیط اسیدی انجام شود. هم چنین استفاده از نقره سولفات به عنوان کاتالیزور برای واکنش برخی از مواد آلی لازم است. برای این که مواد فرار موجود در نمونه، در طی واکنش از محیط عمل خارج نشوند،

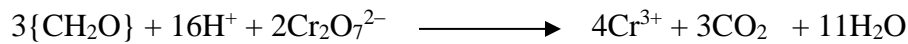
¹ Total Organic Carbon

² Total Oxygen demand

³ Theoretical Oxygen demand

⁴ Biological Oxygen demand

واکنش در دستگاه تقطیر برگشتی انجام می شود. واکنش اکسایش مواد آلی توسط یون دی کرومات را می توان به صورت زیر نشان داد:



کلیه مواد اکسید شونده مانند نیتريت، سولفیت، کلرید و آهن (II) در غلظت های بالاتر می توانند مزاحمت ایجاد کنند. مقدار Fe^{2+} معمولاً در پساب ها خیلی کم است. مزاحمت کلرید هم با افزایش جیوه (II) سولفات حذف می شود. اگر نیتريت در نمونه زیاد باشد، برای از بین بردن مزاحمت آن می توان به نمونه سولفامیک اسید اضافه کرد. به هر حال حضور موادی که تجزیه آن ها توسط باکتری ها به سختی صورت می گیرد، ولی با اکسند شیمیایی قابل انجام هستند، منجر به بزرگ شدن مقدار COD نسبت به BOD می شود. اما با وجود این COD یک آزمایش سریع تر و ساده تر است و غالباً به جای BOD اندازه گیری می شود .

مواد شیمیایی:

سولفوریک اسید غلیظ ، جیوه (II) سولفات ، نقره سولفات ، Cr^{3+} و $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ اورتوفانترویلین ، آهن (II) سولفات، پتاسیم دی کرومات، آمونیوم آهن (II) سولفات.

تهیه محلول ها

محلول نقره سولفات: 0.75g نقره سولفات را در 100 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ حل کنید.

شناساگر فرویین: 1.76g از Cr^{3+} فنانترویلین با یک مولول آب و 0.7g از $\text{FeSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ را در آب مقطر حل کرده، به حجم 100 میلی لیتر برسانید.

محلول پتاسیم دی کرومات 0.25 مولار: 1.2259g پتاسیم دی کرومات که قبلاً در دمای 105°C خشک شده است را در آب مقطر حل کرده و به حجم 100 میلی لیتر برسانید.

محلول آمونیوم آهن (II) سولفات 0.25 مولار: 98g از $\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ را در آب مقطر حل کرده، به آن 20 میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ افزوده، پس از سرد کردن به حجم 1000 میلی لیتر برسانید .

روش آزمایش

۲۰ میلی لیتر از نمونه آب را در بالن تقطیر ۵۰۰ میلی لیتری وارد نموده، به آن ۰/۴ گرم پودر جیوه (II) سولفات و ۲۰ میلی لیتر محلول پتاسیم دی کرومات ۰/۲۵ مولار همراه با سنگ جوش بیافرایید. سپس ۳۰ میلی لیتر سولفوریک اسید حاوی نقره سولفات را به آرامی و در حال هم زدن به آن اضافه کرده، مخلوط را خوب هم بزیند. سپس با دستگاه تقطیر برگشتی (رفلاکس) دو ساعت تقطیر کنید. بعد محلول را سرد کرده، مبرد را با آب مقطر شستشو دهید و حجم محلول داخل بالن را به حدود ۱۵۰ میلی لیتر برسانید. این محلول را به ارلن منتقل نموده، مقدار اضافی پتاسیم دی کرومات را با محلول آمونیوم آهن (II) سولفات ۰/۲۵ مولار در حضور ۳ قطره شناساگر فروبین تا تغییر رنگ از آبی مایل به سبز به قهوه ای مایل به قرمز تیترا کنید. آزمایش را عینا بر روی شاهد آب مقطر تکرار کنید.

محاسبه

مقدار COD از رابطه زیر به دست می آید :

$$\text{COD mg/L} = [(A-B) \cdot 0.25 \cdot 8000] / V$$

B ، حجم آمونیوم آهن (II) سولفات مصرفی برای شاهد بر حسب میلی لیتر .

A ، حجم آمونیوم آهن (II) سولفات مصرفی برای نمونه بر حسب میلی لیتر .

V ، حجم نمونه آب بر حسب میلی لیتر .

۱۲- اندازه گیری اکسیژن محلول در آب (DO) و اکسیژن مورد نیاز بیوشیمیایی (BOD) آب

1-12 اندازه گیری اکسیژن محلول در آب (DO)

هدف: اندازه گیری میزان اکسیژن محلول در آب به روش یدسنجی

مقدمه

تمام گازهای موجود در هوا به مقادیر مختلف در آب محلولند. ازت و اکسیژن تشکیل دهنده های اصلی اتمسفر هردو اندکی در آب حل می شوند. اما کنترل اکسیژن محلول در آب (DO) اهمیت به سزایی دارد. وجود اکسیژن برای بقای اکثر جانوران آبی حیاتی است. هم چنین واکنش های هوازی و بی هوازی را تحت تاثیر قرار می دهد. مقدار اکسیژن محلول موجود در پساب شهری نشان دهنده قدرت تصفیه طبیعی آن است. وجود اکسیژن محلول در فعالیت باکتری های هوازی و جلوگیری از فعالیت باکتری های بی هوازی اهمیت خاصی دارد. این موضوع در استخرهای هوادهی پساب بسیار مهم است. در صنعت نیز اکسیژن محلول در آب یکی از موثرترین عوامل است که در سرعت خوردگی فلزات به خصوص آهن و فولاد، که در تماس با آب هستند، نقش دارد. از این رو در صنعت به روش های مکانیکی مانند هوازدا و یا شیمیایی مانند استفاده از سدیم سولفیت و هیدرازین، اکسیژن محلول در آب را به حداقل می رسانند.

اکسیژن محلول در آب تحت تاثیر عوامل گوناگونی همواره در حال تغییر است. این تغییرات در آب های جاری کم تر ولی در آب های راکد بیشتر است. در یک نمونه آب حلالیت اکسیژن بسته به درجه حرارت آب ، فشار اتمسفر و غلظت نمک های محلول در آب متغیر است. علاوه بر این عوامل فیزیکی و شیمیایی، تولید کنندگان و مصرف کنندگان اکسیژن محلول در آب نیز در این تغییرات دخالت دارند. عوامل تولید کننده اکسیژن، فتوسنتز و انتشار اکسیژن از هوا به آب در مقابل عوامل مصرف کننده آن هم چون تجزیه مواد آلی و معدنی توسط باکتری ها، تنفس موجودات آبی در شبانه روز و تنفس گیاهان آبی در هنگام شب اکسیژن محلول در آب را تغییر می دهند.

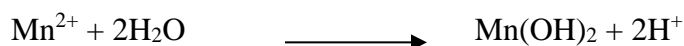
تعیین DO در پساب فاکتور مهمی برای تعیین واکنش های هوازی و بی هوازی می باشد. با تعیین آن در آب رودخانه ها، می توان آلودگی آب را کنترل نمود. هم چنین برای کنترل خوردگی آب در صنایع به خصوص در لوله های انتقال آب و بویلر ها اهمیت دارد. روش های مختلفی برای اندازه گیری اکسیژن محلول در آب وجود دارند. استفاده از الکتروود حساس به اکسیژن بدون شک بهترین آن هاست، که از حساسیت بالایی برخوردار است. اما با روش حجم سنجی هم می توان آن را به سادگی اندازه گیری نمود.

روش وینکلر یک روش استاندارد برای تعیین اکسیژن محلول در آب می باشد. در این روش اکسیژن محلول در آب ، منگنز هیدروکسیدی را که تازه از منگنز سولفات در محیط قلیایی رسوب کرده است، به $Mn(OH)_3$

اکسید می کند. با اسیدی کردن محلول در حضور یون یدید به دلیل ناپایداری Mn^{3+} ، دوباره به Mn^{2+} کاهش می یابد و با اکسایش I^- منجر به آزاد شدن I_2 می شود.

مراحل و واکنش های انجام شده در این روش را می توان به ترتیب زیر نشان داد .

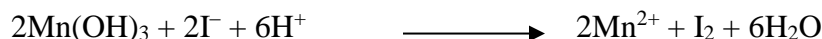
۱- تشکیل رسوب سفید رنگ منگنز هیدروکسید در پی افزایش منگنز سولفات به یدید قلیایی:



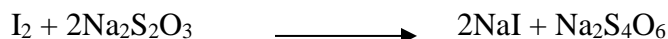
۲- با اکسید شدن منگنز هیدروکسید توسط اکسیژن محلول در آب، رسوب قهوه ای رنگ $Mn(OH)_3$ ظاهر می گردد. به دلیل کندی این واکنش، محلول را باید به آرامی چرخاند.



۳- اکسایش یدید و آزاد شدن ید در حضور اسید:



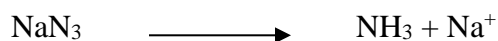
۴- حجم سنجی ید آزاد شده توسط سدیم تیوسولفات:



در تمام مراحل باید کنترل شود از ورود و خروج اکسیژن به ظرف نمونه جلوگیری شود .

در این روش وجود بعضی از مواد اکسید کننده مانند Fe^{3+} و NO_2^- که قابلیت اکسایش یدید به ید را دارند، مقدار اکسیژن را بیشتر نشان می دهند و بر عکس مواد کاهش دهنده مانند S^{2-} و SO_3^{2-} ید را به یدید کاهش داده و نتیجه آزمایش را کمتر از حد واقعی نشان می دهند. بنابراین روش وینکلر برای آب هایی که نسبتا خالص باشند مورد استفاده قرار می گیرد .

برای حذف دخالت نیتريت ها، به محلول یدید قلیایی ، سدیم آزید اضافه می شود و طبق واکنش های زیرنیتريت حذف می شود .



هم چنین برای رفع مزاحمت یون های Fe^{3+} برای اسیدی کردن محیط از فسفریک اسید استفاده می شود.

مواد لازم

منگنز سولفات - پتاسیم هیدروکسید یا سدیم هیدروکسید - پتاسیم یدید - سدیم آزید - فسفریک اسید غلیظ
یا سولفوریک اسید ۵۰٪ - نشاسته - سدیم تیوسولفات

تهیه محلول ها

محلول یدید - آزید قلیایی : ۲۵ گرم پتاسیم هیدروکسید (یا ۱۷/۵ گرم سدیم هیدروکسید) و ۷/۵ گرم پتاسیم یدید و ۰/۵ گرم سدیم آزید را در آب مقطر حل کرده، به حجم ۵۰ میلی لیتر برسانید.

محلول منگنز سولفات: ۴۸ g $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ را در آب مقطر حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید

محلول شناساگر نشاسته: ۱ g نشاسته را با حداقل آب مخلوط کرده و در آب جوش حل کنید و پس از سرد کردن تا حجم ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید.

محلول سدیم تیوسولفات ۰/۰۱ مولار: ۰/۲۵ گرم $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ را با آب مقطر تازه جوشیده و سرد شده در بالن حجم سنجی ۱۰۰ میلی لیتری به حجم برسانید.

محلول های نمک های مغذی

۱- بافر فسفات با $pH = 7/2$: ۴/۲۵ g دی هیدروژن فسفات را در حدود ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل کرده، ۰/۸۸ g سدیم هیدروکسید و ۰/۲ g آمونیوم سولفات به آن اضافه کرده، به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید .
 pH این محلول ۷/۲ خواهد بود.

۲ - محلول منیزیم سولفات : ۲/۲۵ g $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۳ - محلول کلسیم کلرید : ۲/۷۵ g $CaCl_2$ را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴ - محلول آهن (III) کلرید: $0.25 \text{ g FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۵- آب رقیق سازی : به یک لیتر آب مقطر ، یک میلی لیتر از هر کدام از محلول های نمک های مغذی اضافه کرده، هوادهی کنید تا از اکسیژن اشباع گردد.

روش آزمایش

ابتدا برای تثبیت اکسیژن به نمونه آب درون یک ارلن درب دار شیشه ای ۲۵۰ میلی لیتری که با آب رقیق سازی پر شده است ، ۱ میلی لیتر محلول منگنزسولفات و بعد ۱ میلی لیتر محلول یدید - آزید قلیایی با پیپت به آرامی در زیر سطح آب وارد کنید، به طوری که هیچ گونه حباب هوایی در بطری تشکیل نشود. سپس درب بطری را بسته، چند بار به آرامی روی سطح میز حرکت دورانی دهید.از تکان دادن جدا بپرهیزید. بگذارید ۳ دقیقه بماند تا رسوب منگزهیدروکسید ته نشین شود. سپس ۱ میلی لیتر سولفوریک اسید را به همان ترتیب به آن اضافه کنید. بطری را دوباره به آرامی حرکت دهید تا رسوب به طور کامل حل شود،و تشکیل I_2 را در ارلن به خوبی مشاهده کنید.سپس ۱۰۰ میلی لیتر از محلول را با پیپت حبابدار به ارلن دیگری منتقل کرده و آن را با سدیم تیوسولفات ۰/۰۱ مولار تیتتر کنید. هنگامی که محلول به رنگ زرد کم رنگ در آمد، ۳ میلی لیتر محلول شناساگر نشاسته به آن اضافه کنید و تیتراسیون را تا بیرنگ شدن محلول ادامه دهید. حجم سدیم تیوسولفات مصرفی را یادداشت کنید. با توجه به حجم مصرفی DO را بر حسب mg/L گزارش کنید.

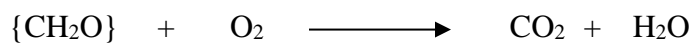
12-2 اندازه گیری اکسیژن مورد نیاز بیوشیمیایی (BOD) آب

هدف : تعیین BOD

BOD مقدار اکسیژن مورد نیاز بیولوژیکی برای تجزیه مواد آلی موجود در نمونه آب است. این آزمایش برای تعیین شدت آلودگی پساب های شهری و صنعتی مورد استفاده قرار می گیرد. واضح است که هر چه غلظت مواد آلی قابل تجزیه توسط باکتری های هوازی بیشتر باشد، به اکسیژن بیشتری نیاز خواهد بود. پس BOD متناسب با غلظت مواد آلی تجزیه پذیر توسط باکتری های هوازی است. بالا بودن BOD نشانگر سهولت تعفن پذیری پساب است. تجزیه مواد آلی توسط باکتری ها به طور طبیعی به دما و زمان بستگی دارد، از این رو BOD در دمای 20°C و در طی ۵ روز انجام می شود. برای اندازه گیری BOD حجم معینی از پساب را در بطری درپوش دار مخصوص ریخته در دستگاه انکوباتور که دمای سیستم را ثابت نگه می دارد، می گذارند. اگر پساب خانگی باشد، معمولاً احتیاج به اضافه کردن باکتری ندارد. ولی برای پساب صنعتی باید باکتری هم اضافه شود.

به کمک همزن نمونه مرتب هم زده می شود. باکتری های موجود در پساب با مصرف اکسیژن هوای بطری، مواد آلی را تجزیه کرده و گاز دی اکسید کربن تولید می کنند. در درپوش بطری ها محفظه ای برای قراردادن چند حبه سود سوزآور خشک تعبیه شده است، تا بتواند CO₂ تولیدی را جذب کند. چون فعالیت باکتری ها مستقیماً با کاهش اکسیژن هوای درون بطری متناسب است. بنابراین با اندازه گیری DO قبل و بعد از آزمایش ، میزان اکسیژن مصرفی توسط میکروارگانیسم ها یا به عبارتی BOD به دست می آید. برای ادامه فعالیت باکتری ها لازم است نمک های مغذی به نمونه آب مورد آزمایش اضافه ود ر pH مناسب بافری شود.

واکنش اکسایش مواد آلی توسط میکروارگانیسم های هوازی را می توان چنین نشان داد:



روش آزمایش

با توجه به این که BOD نامعلوم است، نسبت رقت نمونه پساب را بسته به منشا آن و BOD مورد انتظار طبق جدول زیر انجام دهید:

جدول نسبت رقت نمونه پساب

نوع پساب	BOD مورد انتظار	mL حجم نمونه که باید به ۱ لیتر برسد
آب های سطحی	۶ تا ۶۰	۱۰۰ تا ۱۰۰۰
پساب تصفیه شده	۶۰ تا ۶۰۰	۱۰ تا ۱۰۰
پساب صنعتی بسیار آلوده	۶۰۰ تا ۶۰۰۰	۱ تا ۱۰

بسته به نوع پساب، مقدار معینی از نمونه را با آب رقیق سازی در یک ظرف یک لیتری رقیق کرده در دو بطری مخصوص BOD که حجم آن معین است ، بریزید . DO (اکسیژن محلول) در آب یکی از بطری ها را بلافاصله اندازه گیری کنید. درب بطری دوم را ببندید. به مدت ۵ روز در انکوباتور C ۲۰° بگذارید. پس از این مدت DO بطری دوم را نیز تعیین کنید.

محاسبه

مقدار BOD پساب از رابطه زیر به دست می آید.

$$(\text{BOD ppm}) = D_1 - D_2/p$$

D_1 و D_2 مقدار اکسیژن محلول در نمونه رقیق شده قبل و بعد از انکوباسیون و P درصد رقت نمونه پساب را نشان می دهند.

۱۳- آزمایش جار

هدف: تعیین بهترین منعقد کننده برای ته نشین کردن مواد معلق آب و پساب و نیز تعیین شرایط بهینه کارآیی برای آن منعقد کننده.

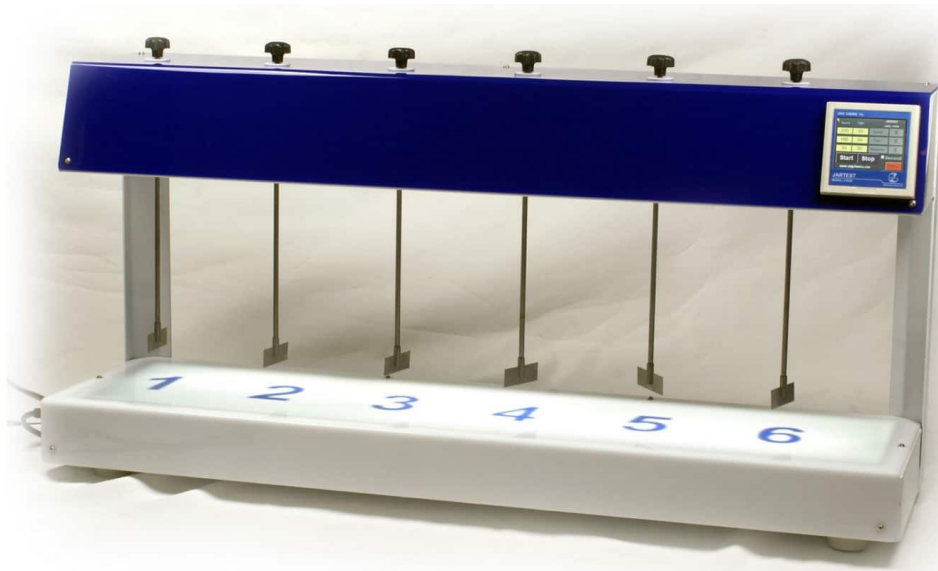
مقدمه

ذرات معلق در آب و پساب هم از نظر اندازه و هم از نظر غلظت ذرات بسیار متفاوت و متنوع هستند. این ذرات به علت باردار بودن به صورت کلویدی و معلق در آب باقی می ماند و ته نشین نمی شوند. به همین دلیل برای حذف یا کاهش مواد معلق در آب و پساب از روش های ته نشینی شامل انعقادسازی و لخته گذاری استفاده می شود. در این روش ها به کمک مواد شیمیایی خاص، ذرات خیلی ریز، بی بار شده و روی هم تجمع می یابند و ذرات درشت تری را تشکیل می دهند که به علت وزن بودن، ته نشین می شوند. بی بار کردن ذرات معلق را انعقادسازی و جمع شدن این ذرات بی بار و به وجود آمدن توده ذرات درشت را لخته گذاری می نامند.

انعقادسازی در بسیاری از موارد مانند زلال سازی آب رودخانه ها و پساب تصفیه شده و نیز تصفیه پساب های دارای رنگ و مواد روغنی به کار می رود. این عمل توسط مواد منعقد کننده و کمک منعقد کننده صورت می گیرد. از مهم ترین منعقد کننده های معدنی می توان آلومینیوم سولفات، آهن (II) سولفات، آهن (III) سولفات، آهن (III) کلرید و سدیم آلومینات را نام برد. کمک منعقد کننده ها هم پلی الکترولیت های پلیمری هستند که کار آیی منعقد کننده ها را در حذف رنگ و مواد آلی و کدورت بهبود می بخشند.

عملکرد منعقد کننده ها تابع عواملی نظیر نوع و غلظت ماده منعقد کننده، pH، دما، شدت اختلاط و طول مدت هم زدن می باشند که با آزمایش جار مورد ارزیابی قرار می گیرد.

دستگاه جار تست، (شکل زیر) شامل محفظه ای است که دمای آن به وسیله یک ترموستا کنترل می شود و دارای شش همزن کاملاً یکسان است که با یک موتور می چرخند. هر همزن در داخل یک بشر که حجم مساوی از نمونه مورد نظر در آن ریخته می شود، قرار دارد. شرایط برای همه نمونه ها یکسان است. همزن می تواند با سرعت های متفاوت بچرخد و همه همزن ها در هر لحظه سرعت یکسانی دارند.



هرگاه بخواهند بهترین منعقد کننده را برای یک نمونه آب مشخص کنند. باید در هر یک از شش ظرف دستگاه حجم مساوی از آن نمونه را ریخته، سپس به هر یک از آن ها مقدار مساوی از منعقد کننده های مختلف اضافه و موتور را روشن کرد، تا همه همزن ها شروع به کار کنند. پس از گذشت زمان معین، موتور را خاموش کرده، اجازه می دهند ذرات ته نشین شوند. سرعت ته نشینی و زلال بودن محلول نهایی و حجم لجن تولید شده در هر یک از نمونه ها معیاری برای تعیین بهترین منعقد کننده است. همین روش را برای ارزیابی سایر متغیرها به کار می برند.

مواد شیمیایی

محلول های 100 ppm از هر یک از مواد زیر:



روش آزمایش

در هر یک از شش بشر دستگاه جار تست ۵۰۰ میلی لیتر از نمونه پساب ریخته، به هر کدام از آن ها ۲ میلی لیتر از مواد منعقدکننده فوق اضافه کنید. غلظت نهایی هر کدام ۴۰ ppm خواهد بود. ابتدا سرعت همزن را برای ۱ دقیقه روی ۶۰ دور در دقیقه تنظیم کنید، سپس آن را به مدت ۳۰ دقیقه با ۳۰ دور در دقیقه

هم بزیند. بعد از هم زدن فرصت دهید تا لخته های تشکیل شد، ته نشین شوند. با توجه به سرعت تشکیل لخته ها، سرعت ته نشینی و حجم لجن مناسب ترین منعقدکننده را برای نمونه پساب انتخاب کنید .

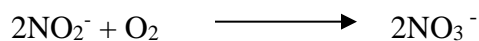
بعد از این که بهترین منعقدکننده مشخص شد، لازم است بهتر است غلظت مناسب و بهینه آن را هم به دست آورید. برای این کار ، آزمایش را این بار با غلظت های ۵، ۱۰، ۲۰، ۳۰، ۴۰ و ۵۰ میلی گرم در لیتر از آن منعقدکننده تکرار کنید.

۱۴- اندازه گیری نیترات و نیتريت

هدف: اندازه گیری آنیونهای نیترات و نیتريت در آب به روش طیف سنجی ماورا بنفش - مرئی

مقدمه

نیترات و نیتريت يون هايی هستند که به عنوان بخشی از چرخه طبیعی ازت وجود دارند. در اثر فعالیت حیاتی باکتری ها ، آمونیاک یا آمونیوم ابتدا به نیتريت و سپس به نیترات اکسید می شوند:



به همین لحاظ مقدار نیتريت و نیترات برای جلوگیری از هر گونه تغییراتی که در اثر فعالیت حیاتی باکتری ها ممکن است روی دهد، بلافاصله بعد از نمونه گیری باید اندازه گیری شوند.

1-14 اندازه گیری نیترات

مقدار نیترات به طور طبیعی در آب های زیرزمینی ناچیز و حدود ۱ ppm است و تنها به دلیل توسعه فعالیت های کشاورزی و استفاده از کودهای شیمیایی افزایش می یابد.

مقدار اضافی يون نیترات در آب آشامیدنی به علت ارتباط بالقوه آن با سرطان معده، موجب نگرانی است، به خصوص در مورد بچه ها ایجاد کم خونی معروف به مت هموگلوبین می نماید. همچنین مقدار اضافی آن در پسابی که به دریا می ریزد، موجب رشد جلبک ها می شود که پس از مرگ گیاه آب را آلوده می کنند. طبق استاندارد سازمان بهداشت جهانی ، آب آشامیدنی نباید بیش از ۱۰ ppm نیترات داشته باشد.

برای اندازه گیری نیترات از روش رنگ سنجی با بروسین استفاده می شود.

این روش در محدوده ppm ۰-۳۰- نیترات از دقت و صحت کافی برخوردار است. واکنشگر بروسین با یون نیترات در محلول سولفوریک اسید، ترکیب کهربایی رنگی ایجاد می کند که شدت رنگ متناسب با غلظت نیترات است.

مواد شیمیایی

بروسین - سولفوریک اسید - سدیم نیترات

روش آزمایش

به ۵ میلی لیتر از نمونه آب در یک بشر ۱۰۰ میلی لیتری ۰/۳ میلی لیتر واکنشگر بروسین اضافه کنید و هم بزنید. سپس ۱۰ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ به آرامی و در حال هم زدن به آن بیفزایید. محلول در اثر افزایش اسید گرم می شود. ۵ دقیقه بگذارید بماند، سپس ۱۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از یون نیترات افزوده، پس از هم زدن بگذارید محلول سرد شود. جذب محلول را در طول موج $\lambda = 410 \text{ nm}$ اندازه گیری کنید.

آزمایش را عینا بر روی ۵ میلی لیتر از محلول های استاندارد نیترات به غلظت های ppm ۵ ، ۱۰ ، ۱۵ و ۲۰ تکرار کنید. یک محلول شاهد حاوی ۱۵ میلی لیتر آب مقطر و ۱۰ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ برای صفر کردن دستگاه تهیه کنید.

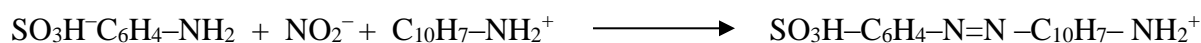
مراحل افزایش واکنشگرها و هم زدن و زمان صبر کردن باید در همه محلول ها یکسان باشد، زیرا تشکیل رنگ تابع دما و زمان است. پس از رسم منحنی درجه بندی، غلظت نیترات را در نمونه آب به دست آورید.

2-14 اندازه گیری نیتريت

نیتريت يك ماده واسطه در چرخه زیستی اکسایش ازت محسوب می شود و از تجزیه پرو تئین ها به دست می آید. در برخی موارد به منظور جلوگیری از خوردگی به طور مصنوعی به آب افزوده می گردد ولی در مجموع معمولاً آلودگی را نشان می دهد و در آبهای آشامیدنی بندرت از ۰/۱ میلی گرم در لیتر تجاوز می کند. وجود آن در آب دلیل بر آلودگی با پساب است.

یون نیتريت در pH حدود ۲ ، با آلفا نفتیل آمین و سولفانيليك اسيد ، رنگ قرمز آزو تولید می کند که با اندازه گیری جذب این ترکیب در ۵۲۰nm غلظت نیتريت تعیین می شود. اگر کلرآزاد، کلروآمین ها ، ذرات معلق و رنگ وجود داشته باشد ، حد تشخیص حدود ۱ g/lit و خطای نسبی ۱۰ در صد خواهد بود.

واکنش تشکیل رنگ را می توان چنین نشان داد :



مواد شیمیایی

آب مقطر بدون نیتريت (در صورت وجود نیتريت با استفاده از پرمنگنات و سپس اگزاليك اسيد حذف شود) - استیک اسيد ۱۵٪ وزنی/حجمی - سولفانيليك اسيد - آلفا نفتیل آمین - کلريدريك اسيد N - سدیم نیتريت.

تهیه محلول ها

روش آزمایش

از محلول استاندارد نیتريت ۱ ppm ، به ترتیب ۰ ، ۱ ، ۵ ، ۱۰ و ۲۰ میلی لیتر در بالن های حجم سنجی ۵۰ میلی لیتری بریزید و با آب مقطر تا حدود ۴۰ میلی لیتر رقیق کنید. حال به هر کدام ۲ میلی لیتر واکنشگر نفتیل آمین و ۱ میلی لیتر کلريدريك اسيد ۱ مولار بیفزایید و به حجم برسانید. بعد از ۲۰ دقیقه جذب محلول ها را در طول موج $\lambda = 525 \text{ nm}$ اندازه گیری کنید. آزمایش را بر روی ۴۰ میلی لیتر از نمونه آب همزمان با شاهد و استانداردها انجام دهید. پس از رسم منحنی درجه بندی ، غلظت نیتريت را در نمونه آب به دست آورید.

۱۵- اندازه گیری ازت آلی و آمونیاک

هدف: تعیین ازت کل در آب به روش **کجدال** بر اساس تیتراسیون اسید - باز. تعیین آمونیاک موجود در آب به کمک واکنشگر نسلر به روش رنگ سنجی و تعیین ازت آلی به کمک تفاضل آن ها.

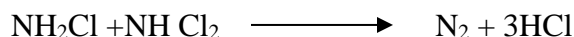
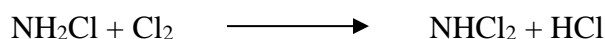
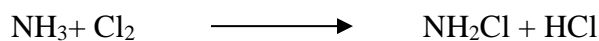
مقدمه

ترکیبات ازت دار یکی از مهم ترین عوامل آلودگی در آب ها هستند. ازت در آب و پساب به صورت های مختلف نیترات ، نیتريت ، آمونیاک و ازت آلی یافت می شود. تمام این حالات ازت هم چنین گاز ازت از لحاظ بیوشیمیایی به هم قابل تبدیل هستند. ازت در حضور اکسیژن به صورت نیترات و در غیاب آن به صورت آمونیاک یا آمونیم یافت می شود. در این میان نیتريت ها هم نقش حد واسط را دارند.

این ترکیبات به طرق مختلف نظیر تماس منابع آب با فضولات انسانی و حیوانی یا تخلیه پساب های شهری و صنعتی در رودخانه ها و یا نفوذ آب های کشاورزی در زمین و استفاده از کودهای شیمیایی در مزارع و از همه مهم تر اکسایش مواد آلی ازت دار نظیر پروتئین ها حاصل می شوند.

میزان ازت آمونیاکی در آب معیاری از آلودگی آن به پساب های شهری ، صنعتی و کشاورزی است. اگر آبی محتوی آمونیاک باشد دلیل بر آلودگی تازه آن ولی اگر در آبی نیتريت یا نیترات دیده شود دال بر آلودگی کهنه و قدیمی آن است. وجود ترکیبات ازت دار موجب رشد بی رویه خزه و جلبک ها و در نتیجه باعث بروز رنگ سبز در آب ها می شود. آمونیاک حتی در غلظت های بسیار کم برای ماهیان سم است.

برای حذف آمونیاک از آب می توان از کلرزنی استفاده کرد. محصول نهایی HCl و N_2 می باشد. اما طبق واکنش های زیر محصولات واسطه ای کلرامین ها هم تولید می شوند:



برای اندازه گیری ازت موجود در آب ها به صورت نیترات و نیتريت قبلا توضیح داده شده است. در این آزمایش اندازه گیری ازت آلی و آمونیاک مورد نظر است. یکی از روش های معمول و شناخته شده برای این اندازه گیری روش کجدال است. این روش در صورتی که مقدار آمونیاک در آب زیاد باشد و یا عوامل مزاحم

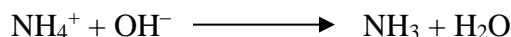
نظیر کدورت، رنگ و مواد آلی در آب باشند، توصیه می شود. اما برای آب های شهری و نسبتا تمیز که مقدار آمونیاک کم تر از ppm باشد، از روش نسلر استفاده می شود.

1-15 اندازه گیری ازت آلی و آمونیاک به روش کجدال

این روش برای اندازه گیری ازت کل که عبارت است از ازت آلی و آمونیاک در آب های آشامیدنی، سطحی، پساب های صنعتی و شهری مناسب می باشد. در این روش نمونه را در محلول داغ سولفوریک اسید غلیظ هضم می کنند، طی آن ازت به یون آمونیوم تبدیل می شود. سپس مقداری اضافی از یک باز قوی به محلول می افزایند و پس از تقطیر ، آمونیاک آزاد شده را تیتتر می کنند.

مرحله حساس در روش کجدال، اکسایش با سولفوریک اسید است. کربن و هیدروژن موجود به کربن دی اکسید و آب تبدیل می شوند. ولی سرنوشت ازت به چگونگی ترکیب آن در ماده آلی بستگی دارد. اگر ازت مانند مواد پروتئینی به صورت آمین یا آمید باشد، در این حالت تبدیل آن به آمونیوم همواره کمی خواهد بود. اما ازت موجود در حالت های اکسایش بالاتر مانند گروه های نیترو و آزو در طی مرحله اکسایش به گازازت یا اکسید های آن تبدیل می شود و در نتیجه در محلول سولفوریک اسید باقی نمی ماند. برای جلوگیری از این نقصان، نمونه را قبل از هضم تحت تاثیر یک عامل کاهنده مانند سدیم تیوسولفات قرار می دهند. با این ترتیب تبدیل کامل ازت به یون آمونیوم تضمین می شود.

در روش اصلاح شده کجدال ، در فرایند اکسایش یک نمک خنثی مانند پتاسیم سولفات به محلول می افزایند تا نقطه جوش سولفوریک اسید و در نتیجه دمای اکسایش، بالاتر رود. فرایند اکسایش وقت گیرترین مرحله است. لذا برای تسریع واکنش از کاتالیزور جیوه سولفات استفاده می شود. تقطیر در بالن گردن بلندی به نام بالن کجدال انجام می گیرد. پس از پایان اکسایش، محتویات بالن را خنک و با آب رقیق می کنند، سپس آن را با محلول سدیم هیدروکسید قلیایی می کنند تا آمونیاک آزاد شود:



برای تیتراسیون آمونیاک جمع آوری شده در ارلن دریافت کننده، مقداری اضافی اسید قوی اضافه می شود و مازاد آن در حضور شناساگر سبز بروموکرزول با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید تیتتر می شود.

مواد لازم:

سولفوریک اسید غلیظ - پتاسیم سولفات - جیوه (II) اکسید یا سولفات - کلریدریک اسید - محلول سدیم هیدروکسید ۵۰٪ وزنی - حجمی - محلول سدیم هیدروکسید

شناساگر سبز بروموکروزول: ۵۰ میلی گرم از نمک سدیم شناساگر جامد را در ۱۰۰ میلی لیتر الکل حل کرده ، اگر نیاز بود صاف کنید .

روش آزمایش

حجم مشخصی از نمونه آب را طبق جدول پایین بسته به میزان ازت موجود در آب ، برای هضم به بالن تقطیر کجدال منتقل نموده، ۲۵ میلی لیتر سولفوریک اسید غلیظ،، ۱۰ گرم پتاسیم سولفات و در صورت نیاز ۰/۵ گرم HgO اضافه کنید. بالن را حرارت دهید تا گازهای سفید خارج شوند و محلول بی رنگ شود. این عمل ممکن است تا ۳ ساعت طول بکشد. سپس محلول را سرد نمایید و با ۲۵۰ میلی لیتر آب مقطر رقیق کنید. اگر از کاتالیزور جیوه استفاده کرده اید، ۲۵ میلی لیتر محلول سدیم سولفید ۴٪ از بالای دستگاه تقطیر به آرامی به داخل بالن بیفزایید.

جدول زیر حجم نمونه آب بسته به میزان ازت موجود

میزان ازت (mg/L)	حجم نمونه آب (mL)
۱ >	۵۰۰
۱ - ۱۰	۲۵۰
۱۰ - ۲۰	۱۰۰
۲۰ - ۵۰	۵۰
۵۰ - ۱۰۰	۲۵

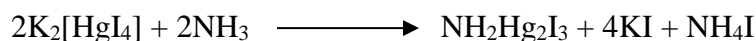
انتهای لوله مبرد را به داخل ارلن دریافت کننده که محتوی ۵۰ میلی لیتر کلریدریک اسید ۱ مولار است، قرار دهید. حال به بالن تقطیر به آرامی حدود ۶۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید ۵۰٪ بیافزایید)

برای جلوگیری از جوشش شدید محلول، می توان مقداری گرانول روی به آن اضافه کرد). می توانید یک تکه کاغذ شناساگر pH هم به داخل بالن بیاندازید تا پایان واکنش را با قلیایی شدن محیط نشان دهد.

پس از تقطیر حدود ۲۰۰ میلی لیتر از نمونه و کاهش حجم به نصف تا یک سوم، حرارت را قطع کرده، داخل مبرد را با کمی آب مقطر به درون ارلن دریافت کننده شستشو دهید. حال ۲ قطره شناساگر سبز بروموکرزول به ارلن افزوده، اسید باقی مانده را با محلول سدیم هیدروکسید ۱ مولار تا تغییر رنگ زرد به آبی تیترا کنید. یک محلول شاهد هم زمان با نمونه آزمایش کنید.

۲-۱۵ اندازه گیری ازت آمونیاک به روش نسلر

این روش برای اندازه گیری آمونیاک در محلول های بسیار رقیق در آب به کار می رود. واکنشگر نسلر که یک محلول قلیایی از جیوه (II) یدید در پتاسیم یدید است، با آمونیاک یک کمپلکس نارنجی مایل به قهوه ای تشکیل می دهد. واکنش آن چنین است:



به وسیله دستگاه اسپکتروفتومتر میزان جذب نمونه در طول موج 425nm اندازه گیری شده و به کمک محلول های استاندارد آمونیاک منحنی درجه بندی رسم و غلظت آمونیاک در نمونه تعیین می شود.

مواد شیمیایی

جیوه کلرید - پتاسیم یدید - آمونیوم کلرید

تهیه محلول ها

واکنشگر نسلر: ۱,۳ g جیوه (II) کلرید را در ۶۰ میلی لیتر آب مقطر عاری از آمونیاک حل کنید، در یک ظرف دیگر 5 g پتاسیم یدید را در ۱۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. حال این دو محلول را با هم مخلوط کرده با آب مقطر به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول صاف زرد رنگ را در یک بطری قهوه ای درپوش دار نگهداری کنید.

محلول استاندارد آمونیاک ۱۰۰۰ ppm : ۰/۳۱۴۱ g آمونیوم کلرید خالص را در آب عاری از آمونیاک حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید. محلول استاندارد ۱ ppm را از رقیق کردن متوالی ۱۰ میلی لیتر از محلول فوق به حجم ۱۰۰ میلی لیتر تهیه کنید.

روش آزمایش

یک سری از لوله های نسلر حاوی حجم های ۱، ۲، ۳، ۴ و ۵ میلی لیتر از استاندارد آمونیاک ۱ ppm را تا ۵۰ میلی لیتر رقیق کنید. به هر یک از آن ها و به ۵۰ میلی لیتر نمونه آب ، یک میلی لیتر واکنشگر نسلر اضافه کنید. بعد از ۱۰ دقیقه جذب محلول ها را در طول موج 425 nm اندازه گرفته، منحنی درجه بندی را رسم کنید. همه محلول ها باید از نظر دما و زمان در شرایط یکسان کار شوند .