جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

۶۴۲۷

کیفیت آب، آب تغذیه و آب دیگهاي بخار

زمیني و دریایي ـ روش آزمون

ـ

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی

واقتصادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی وبا توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان ،مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع واعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشرمی گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی ونیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندکان سیستم های مدیریت کیفیت ومدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد " کیفیت آب ، آب تغذیه وآب دیگهای بخار زمینی و دریایی - روش آزمون "

رئیس	سمت یا نمایندگی
شکوهي رازي، محمد رضا (فوق ليسانس مهندسي شيمي)	شرکت کاریزاب
اعضا :	
آهني، حميرا (فوق ليسانس شيمي آلي)	اداره کل استاندارد زنجان
امجدي، سهيلا (ليسانس زيست شناسي)	شرکت سهامي سازمان آب استان زنجان
خامسي، جعفر (فوق ليسانس علوم محيط زيست)	کارشناس اداره کل محيط زيست استان زنجان
جزء عاشوري، علي (ليسانس مهندسي شيمي)	شرکت آب و فاضلاب
جمشيدي، اکبر (ليسانس مهندسي مکانيك)	سازمان فني و حرفه اي زنجان
نوري،روح ا(ليسانس علوم تغذيه) (رئيس آزمايشگاه)	شرکت مينوي خرمدره
دبير	
رستمخاني،محمدرضا (ليسانس مهندسي شيمي)	کارشناس استاندارد زنجان

فهرست مندرجات

صفحه

پیش گفتار ب

مقدمه ت

۱ هدف و دامنة کاربرد ۱

۲ مراجع الزامي ۱

۳ نمونه برداري ۱

٤ روش آزمون ۱

٥ اندازه گيري هدايت الكتريكي ۱

٦ تعيين pH به روش الكترومتري ٥

۷ تعيين قليائيت به روش پتانسيومتري و رنگ سنجي ۹

۸ اندازه گيري سختي ۱۲

۹ اندازه گيري يون كلريد به روش حجم سنجي با جيوه ۱۲

۱۰ اندازهگيري سيليس به روش موليبدوسيليكات ۱۲

۱۱ اندازه گيري يون سولفيت به روش حجم سنجي ۱٤

۱۲ اندازه گيري يون آهن بوسيلة اسپكتروفتومتر جذب اتمي ۱٦

۱۳ اندازه گيري يون مس بوسيلة اسپكتروفتومتر جذب اتمي ۱٦

۱٤ اندازه گيري يون فسفات با واكنشگر اسيد اسكوربيك (روش Murphy-Riley) ۱٦

۱٥ اندازه گيري اكسيژن محلول (DO) به روش وينكلر اصلاح شده ۱۸

١٦ اندازه گيري هيدرازين به روش اسپكتروفتومتري ٢١
١٧ اندازه‌گيري كل جامدات محلول، خشك شده در ١٨٠ درجة‌سلسيوس به روش وزني ٢٣
١٨ اندازه‌گيري كل جامدات محلول، خشك شده در ١٨٠ درجة‌سلسيوس به روش هدايت سنجي (TDS) ٢٤

پيشگفتار

استاندارد" كيفيت آب ، آب تغذيه و آب ديگ هاي بخار زميني ودريايي- روش آزمون" كه توسط كميسيون هاي مربوط تهيه و تدوين شده ودر دويست و سي امين جلسة كميتة ملي استاندارد مورخ٨١/٧/١٦ مورد تاييد قرار گرفته است، اينك به استناد بند يك مادة ٣ قانون اصلاح قوانين و مقررات مؤسسة استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه ١٣٧١ بعنوان استاندارد ملي ايران منتشر ميشود.

براي حفظ همگاني و هماهنگ با تحولات وپيشرفت هاي ملي و جهاني درزمينة صنايع علوم وخدمات، استاندارد هاي ملي ايران در مواقع لزوم تجديد نظر در كميسيون فني مربوط مود توجه قرار خواهد گرفت. بنابراين براي مراجعه به استانداردهاي ايران بايد همواره از آخرين تجديد نظر آنها استفاده كرد.

در تهيه وتدوين اين استاندارد سعي شده است كه ضمن توجه به شرايط موجود و نيازهاي جامعه، درحدامكان بين اين استاندارد واستاندارد ملي كشورهاي صنعتي وپيشرفته هماهنگي ايجاد شود.

منابع ومأخذي كه براي تهية اين استاندارد به كار گرفته به شرح زير است:

١- ناظري- فريبا و اختيار زاده- زهره، مركز تحقيقات و بهبود بهره وري صنعت آب و فاضلاب
" دستورالعملهاي آزمايشگاهي آب و فاضلاب " ويرايش اول : سال ١٣٧٤

٢- تركيان - ايوب، راهنماي آزمايشهاي آب و فاضلاب، سال ١٣٧٢

3- *Standard methods for the examination of water and wastewater – 1992 , 18 th .ed. Prepared and published jointiy by: American public health association, American water works association, Water environment fedration .*

4- *BS 2690: 1983- Part 102 - Hydrazin*

5- *BS 1427: 1993 – Methods of testing water used industry*

مقدمه

ساليان زيادي است كه استفاده از تأسيسات حرارتي[1] در كشور ما جايگاه خود را يافته است، ولي متأسفانه عدم آموزش تكنسين‌هاي مرتبط و نبود رشته‌هاي تحصيلي خاص در

1- *Heating installation*

اين زمينه باعث شده تا فرهنگ درست استفاده از اين تاسيسات ناشناخته بماند.
اين استاندارد شرايط تنظيم آب تغذيه وآب انواع ديگهاي بخار را بيان مي‌كند. با به كارگيري شرايط ذكر شده در اين استاندارد مي‌توان ناخالصيهاي موجود در آب تغذيه و آب ديگ بخار، از قبيل مواد رسوب زدا، مواد كف‌ساز، مواد لجن‌ساز و مواد خورنده را از ميان برده و از خطرات ناشي از آنها دور ماند.

كيفيت آب ،آب تغذيه و آب ديگهاي بخار زميني و دريايي - روش آزمون

۱ هدف و دامنة كاربرد

هدف از تدوين اين استاندارد تعيين روش هاي آزمون آب تغذيه و آب ديگ هاي بخار به منظور كاهش توان رسوب گذاري ، خوردگي و انتقال مواد ناخواسته به سيستم مي‌باشد.

۲ مراجع الزامي

مدارك الزامي زيرحاوي مقرراتي است كه در متن استاندارد به آنها ارجاع داده شده است.
بدين‌ترتيب آن مقررات جزئي‌ازاين استاندارد محسوب مي شود.در مورد مراجع داراي تاريخ چاپ و / يا تجديد نظر، اصلاحيه ها و تجديد نظرها ي بعدي اين مدارك مورد نظر نيست. معهذا بهتر است كاربران ذينفع اين استاندارد، امكان كاربرد آخرين اصلاحيه ها و تجديد نظرهاي مدارك الزامي زير را مورد بررسي قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاريخ چاپ و / يا تجديد نظر آن مدارك الزامي ارجاع داده شده مورد نظر است.
استفاده از مراجع زير براي كاربرد اين استاندارد الزامي است:
استاندارد ملي ايران ۲۳٤۷ : سال ۱۳۷۰ روش نمونه‌برداري آب
استاندارد ملي ايران ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱ ويژگيها و روشهاي آزمون آب براي مصارف آزمايشگاهي
استاندارد ملي ايران ۲۳٥٦ : سال ۱۳۷۲ روش آزمون سختي آب

استاندارد ملي ايران ٢٣٥٤ : سال ١٣٧٢ روش اندازه گيري يون فلزات در آب و فاضلا ب
استاندارد ملي ايران ٢٣٥٠ : سال ١٣٦٢ روش اندازه گيري يون كلرور در آب و فاضلاب
استاندارد ملي ايران ٣١٩٩ : سال ١٣٧١ ويژگي‌ها و روش‌هاي آزمون سيليس در صنايع شيشه

٣ نمونه برداري

نمونه برداري بايد بر اساس استاندارد ملي ايران به شمارة[1] ... " نمونه‌برداري ازآب و بخار ديگ هاي بخار " انجام شود.

٤ روش آزمون

٤ - ١ اندازه گيري هدايت الكتريكي

هدايت الكتريكي بيانگر توانايي محلولهاي آبي در انتقال جريان الكتريسيته مي‌باشد.

٤ - ١ - ١ دستگاهها و وسايل

- دستگاه هدايت سنج:

از دستگاهي استفاده كنيد كه قادر به اندازه‌گيري هدايت با خطايي كمتر از يك درصد يا يك ميكرومو بر سانتيمتر باشد.

- دماسنج:

دماسنج مورد استفاده بايد بتواند محدودة دمايي ٢٣ تا ٢٧ درجة سلسيوس را با دقت ٠/١ نشان دهد.

- سل يا الكترود هدايت‌سنج

٤ - ١- ٢ مواد مورد نياز

- آب مقطر:

آب مقطري كه با هر يك از روش‌هاي تهية آب مقطر آماده شده است مي‌تواند به‌كار رود، هدايت آب‌مقطر در مقايسه با هدايت نمونه‌ها بايد بسيار كم باشد.

يادآوري - براي اين منظور مي‌توانيد به استاندارد شمارة ١٧٢٨ " ويژگيها وروشهاي آزمون آب براي مصارف آزمايشگاهي " مراجعه نماييد .

- محلول استاندارد كلريدپتاسيم ٠/٠١ مولار:

٧٤٥/٦ ميلي‌گرم كلريدپتاسيم خشك شده در ١٠٣ درجة سلسيوس را در آب مقطر تازه تهيه شده حل كرده و در يك بالن حجمي، در دماي ٢٥ درجة سلسيوس به حجم يك‌ليتر برسانيد. اين محلول استاندارد مرجع در دماي ٢٥ درجة سلسيوس هدايتي برابر با ١٤١٢ ميكرو مو در سانتيمترداشته و براي بيشتر نمونه‌ها قابل استفاده است به‌شرطي كه ثابت سل بين يك و دو برحسب عكس سانتيمتر

---

[1]-تا تهية استاندارد فوق بايد از استاندارد ملي ايران به شمارة ٢٣٤٧ " روش نمونه برداري آب " استفاده شود.

باشد. براي سل‌هاي ديگر با ثابت متفاوت پيشنهاد مي‌شود از محلول كلريدپتاسيم قوي‌تر يا ضعيفتر مطابق با جدول شمارة ۱ استفاده كنيد.

يادآوري - محلول تهيه شده را بايد در بطريهاي درب سمباده‌اي شيشه‌اي (بورو سيليكات) نگهداري كرد.

٤ - ١ - ٣ روش كار

- تعيين ثابت سل:

ابتدا سل را با حداقل سه حجم از محلول كلريد پتاسيم ۰/۰۱ مولار بشويد، سپس حجمي از محلول كلريدپتاسيم را برداشته و در حمام آب به ۰/۰۱ ± ۲۵ درجةسلسيوس رسانده و سل را در آن قرار دهيد،

مقومت نشان داده شده توسط هدايت سنج را اندازه گرفته و با توجه به دما، ثابت سل را از رابطة زير مجاسبه كنيد.

$$C\ (cm)^{-1} = (\ 0.001412\ )\ (R_{kcl}\ )\ [\ 1 + 0.019\ (t- 25\ )]$$

كه در آن:

R_{KCl} = مقاومت اندازه گيري شده بر حسب اهم

t = دماي مشاهده شده بر حسب درجة سلسيوس

هدايت سنج اغلب هدايت را مستقيما نشان مي‌دهد، براي دستگاه‌هايي كه مجهز به قطعة حساس[1] نسبت به دما هستند، اين قطعه را سه بار با كلريد پتاسيم ۰/۰۱ مولار بشويد ضمن قرار دادن قطعة حساس الكترودرا در محلول كلريدپتاسيم قرار دهيد سپس دستگاه را روي عدد ١٤١٢ ميكرو مو بر سانتيمتر تنظيم كنيد. اين روش به طور اتوماتيك ثابت سل را تنظيم مي‌كند.

- تعيين هدايت ويژه:

سل را با يك يا چند حجم نمونه شستشو دهيد. دماي آخرين محلول را حدود ۲۵ درجه سلسيوس تنظيم كرده و مقاومت يا هدايت نمونه را اندازه بگيريد. دما را تا ۰/۱ ± درجه سلسيوس يادداشت كنيد.

٤ - ١ - ٤ محاسبات

ضريب دمايي هدايت بيشتر آبها تقريبا مشابه محلول كلريد پتاسيم استاندارد مي‌باشد، هرچه دماي اندازه گيري اختلاف بيشتري با ۲۵ درجه سلسيوس داشته باشد عدم قطعيت و خطا در تصحيح اثر دما بيشتر مي‌شود. سعي كنيد حتي‌الامكان همة هدايت‌ها را در ۲۵ درجه سلسيوس گزارش كنيد.

زماني كه مقاومت نمونه اندازه‌گيري مي‌شود، هدايت نمونه در دماي ۲۵ درجه سلسيوس از رابطة زيرمحاسبه مي‌شود.

$$\mathbf{K = (\ 106\ )\ (\ C\ )\ /\ \{\ R_m\ [\ 1+ 0.019\ (\ t - 25\ )\ ]\ \}}$$

كه در آن:

K = هدايت ويژه برحسب ميكرومو بر سانتيمتر

1- Sensor

C = ثابت سل بر حسب $^{-1}$ (سانتيمتر)
R_m = مقاومت نمونه بر حسب اهم
t = دماي اندازه‌گيري شده بر حسب درجة سلسيوس
وقتي هدايت نمونه مستقيما اندازه‌گيري مي‌شود، هدايت ويژه در ۲۵ درجة سلسيوس معادل است با:

$$K = K_m / [1 + 0.0191 (t - 25)]$$

كه در آن:
Km = هدايت ويژة اندازه‌گيري شده در دماي t برحسب ميكرومو بر سانتيمتر
t = دما برحسب درجة سلسيوس
براي دستگاه‌هايي كه به طور اتوماتيك دما را تنظيم مي‌كنند و نتايج را مستقيما برحسب ميكرومو بر سانتيمتر يا واحدهاي مشابه نشان مي‌دهند، هدايت را مستقيما گزارش كنيد.

يادآوري ۱ - براي دستگاههايي كه مقادير را برحسب سيستم بين المللي آحاد (SI) نشان مي‌دهند از تبديل واحدهاي زير استفاده شود:

1 mS / m = 10 µ mhoS/cm .

1 µmho / cm = 0.1 mS /m .

يادآوري ۲ - عكس اهم را زيمنس[1] نيز مي‌گويند.

جدول شمارة ۱ - هدايت اكي‌والان (Λ) و هدايت الكتريكي (K) كلريدپتاسيم در ۲۵ درجة سلسيوس

غلظت KCl (M يا eq / L)	هدايت اكي‌والان (Λ) (mho- cm ^{2} / eq)	هدايت الكتريكي (K) (µ mho / cm)
۰	۱۴۹/۹	-
۰/۰۰۰۱	۱۴۸/۹	۱۴/۹
۰/۰۰۰۵	۱۴۷/۷	۷۳/۹
۰/۰۰۱	۱۴۶/۹	۱۴۶/۹
۰/۰۰۵	۱۴۳/۶	۷۱۷/۵
۰/۰۱	۱۴۱/۲	۱۴۱۲
۰/۰۲	۱۳۸/۲	۲۷۶۵
۰/۰۵	۱۳۳/۳	۶۶۶۷
۰/۱	۱۲۸/۹	۱۲۸۹۰
۰/۲	۱۲۴/۰	۲۴۸۰۰
۰/۵	۱۱۷/۳	۵۸۶۷۰
۱	۱۱۱/۹	۱۱۱۹۰۰

1- Siemnes

٤-٢ تعيين pH به روش الكترومتري

اندازه‌گيري pH يكي از مهمترين و متداولترين آزمايشها در شيمي آب است كه در ديگهاي بخار نيز كنترل مي‌شود. اگر آب مصرفي ديگبخار داراي pH پايين باشد صدمات جدي ناشي از اسيدي بودن آن برروي سطوح فلزي به وجود خواهد آمد.

٤-٢-١ اصول

اساس اندازه‌گيري pH ، با روش الكترومتري براي تعيين ميزان فعاليت يونهاي هيدروژن موجود در محلول از طريق اندازه‌گيري پتانسيومتري ، با استفاده از الكترود استاندارد هيدروژن يا الكترود مرجع مي‌باشد.

يادآوري - به دليل مشكلات كار با الكترود استاندارد هيدروژن معمولا از الكترود شيشه‌اي استفاده مي شود. چندين نوع الكترود شيشه‌اي وجود دارد، الكترودهاي مركب، الكترودهاي شيشه‌اي و مرجع درون يك محفظة مشترك قرار گرفته‌اند، چون الكترودهاي استاندارد شيشه‌اي در دماهاي بالا براي تعيين pH بالاي ١٠ كارايي مناسب نداشته و نتايج را كمتر از مقدار واقعي نشان مي‌دهند، در اين موارد بايد از الكترود"خطاي سديم كم " استفاده نمود. براي اندازه‌گيري pH كمترازيك،كه الكترودهاي استاندارد شيشه‌اي در آنها خطاي بالايي دارند مي توان از الكترودهاي غشايي مايع[1] استفاده نمود.

٤-٢-٢ مواد مورد نياز

- محلول استاندارد تارتارات هيدروژن پتاسيم:

پنج تا ١٠ گرم كريستالهاي ريز تارتارات هيدروژن پتاسيم ($KHC_4H_4O_6$) را با ١٠٠ تا ٣٠٠ ميلي‌ليتر آب مقطر در دماي ٢٥ درجه سلسيوس در يك بطري با درپوش شيشه‌اي به شدت هم بزنيد، محلول شفاف را با روش صاف كردن از مواد حل نشده جدا كنيد، با افزودن يك كريستال تيمول (به قطر هشت ميلي‌متر) به ازاي هر ٢٠٠ ميلي ليتر محلول مي‌توانيد آن را به مدت دو ماه يا بيشتر نگهداري كنيد.

- محلول اشباع هيدرواكسيد كلسيم:

كربنات كلسيم با درجه قليائيت كم را چندين بار با آب مقطر شسته تا مواد محلول در آب آن خارج شود سپس باقي مانده را در يك ظرف پلاتيني به مدت يك ساعت در دماي ١٠٠٠ درجه سلسيوس سوزانده و كلسينه كنيد، پس از سرد شدن به آهستگي و در حال هم زدن آب مقطر افزوده و آن را هيدراته نماييد. سپس محلول را حرارت داده و بجوشانيد و اجازه دهيد تا سرد شود .پس از سرد شدن آن را صاف نموده

1- Liquid membrane electrode

وهيدرواكسيد كلسيم $Ca(OH)_2$ جامد را روي يك صافي شيشه اي[1] باتخلخل متوسط جمع آوري كنيد. ماده جامد روي صافي را در دماي ۱۱۰ درجه سلسيوس خشك كرده و پس از سرد شدن آن را به صورت پودر همگن و ريز خرد كنيد. مقدار زيادي از اين پودر را با آب مقطر در يك بطري پلي اتيلني دردار به شدت هم زده و اجازه دهيد تا دماي مخلوط به ۲۵ درجه سلسيوس برسد، محلول رويي را به كمك پمپ خلاء از يك صافي شيشه اي با تخلخل متوسط عبور داده و محلول صاف شده را به عنوان بافر استفاده نماييد.

يادآوري- زماني كه دي‌اكسيد كربن (CO_2) هوا باعث كدورت بافر شد بايد آن را دور بريزيد.

- محلول‌هاي كمكي:

سود ۰/۱ نرمال، اسيد كلريدريك ۰/۱ و ۰/۵ نرمال ، محلول اسيدي فلوئوريد پتاسيم (دو گرم فلوئوريد پتاسيم (KF)را در دو ميلي‌ليتر اسيد سولفوريك غليظ حل كرده و با آب مقطر به حجم ۱۰۰ ميلي‌ليتر برسانيد.).

٤-۲-۳ روش كار

- آماده سازي كلي:

سيستم الكترودهارا با محلولهاي بافري استاندارد كه pH معلوم دارند، تنظيم كنيد،از آنجايي كه ممكن است محلول‌هاي بافري در اثر آلودگي يا رشد كپك فاسد شده باشند بهتر است براي كارهاي دقيق محلول هارا تازه تهيه كنيد.

براي تهية اين محلول‌ها مقاديري از مواد شيميايي را كه در جدول شمارة ۲ مشخص شده‌اند وزن كنيد. مواد را در دماي ۲۵ درجه سلسيوس در آب مقطر حل كرده، به حجم ۱۰۰۰ ميلي ليتر برسانيد. اين مسئله به ويژه براي بافرهاي بوراته و كربناته از اهميت زيادي برخوردار است.

يادآوري ۱- آب مقطر جوشيده و سرد شده هدايتي كمتر از دو ميكرومو بر سانتيمتر دارد كه اگر به هر ۵۰ ميلي ليتر آن يك قطره محلول اشباع كلريد پتاسيم (KCl) اضافه كنيد، براي الكترود مرجع مناسب است. اگر pH اين محلول آزمايشي بين ۶/۰ تا ۷/۰ باشد، آن را براي تهيه همه استاندارد ها به كار ببريد.پودر فسفات منوپتاسيم (KH_2PO_4) را در ۱۱۰ تا ۱۳۰ درجة سلسيوس به مدت دو ساعت خشك و سپس وزن كنيد، تترا اكسالات پتاسيم آبداررا بيش از ۶۰ درجه سلسيوس حرارت ندهيد و ديگرنمكهاي بافري مشخص شده را نيز خشك نكنيد.

يادآوري ۲- براي آزمايش روزانه مي‌توانيد قرص‌ها، پودرها يا محلولهاي بافر تجارتي با كيفيت كنترل شده را به كار ببريد. به هنگام تهيه محلولهاي بافراز انحلال كامل نمكهاي جامد در حلال اطمينان حاصل كنيد.

2- Fritted glass filter

يا به عنوان مثال مي‌توانيد محلولهاي بافري كه به عنوان استاندارد اوليه درجدول شمارة ۲ طبقه‌بندي شده اند را انتخاب و تهيه كنيد. استانداردهاي ثانويه را در موارد خاص براي اندازه‌گيري pH فاضلاب بكار ببريد، براي اطلاع از pH بافرهاي استاندارد در دمايي به جز دماي ۲۵ درجة سلسيوس به جدول شمارة ۳ مراجعه كنيد.

يادآوري ۳ - براي مصارف روزمره محلولهاي بافر و نمونه‌ها را در بطري‌هاي پلي‌اتيليني ذخيره كرده و هر چهار هفته يكبار محلول ها را عوض كنيد.

جدول شمارة ۲- تهية محلولهاي استاندارد pH

محلول استاندارد (مولاريته)	PH در ۲۵ درجة سلسيوس	وزن مادة شيميايي در ۱۰۰۰ ميلي ليتر محلول آبي در ۲۵ درجة سلسيوس
استانداردهاي اوليه :		
تارتارات هيدروژن پتاسيم (اشباع در۲۵ درجه سلسيوس)	۳/۵۵۷	بيش از ۷ گرم $KHC_4H_4O_6$ *
سيترات دي هيدروژن پتاسيم ۰/۰۵	۳/۷۷۶	۱۱/۴۱ گرم $KH_2C_6H_5O_7$
فتالات هيدروژن پتاسيم ۰/۰۵	۴/۰۰۴	۱۰/۱۲ گرم $KHC_8H_4O_4$
فسفات دي هيدروژن پتاسيم ۰/۰۲۵ + فسفات هيدروژن دي سديم ۰/۰۲۵	۶ /۸۶۳	۳/۳۸۷ گرم KH_2PO_4 + ۳/۵۳۳ گرم Na_2HPO_4 **
فسفات دي هيدروژن پتاسيم ۰/۰۰۸۶۹۵ + فسفات هيدروژن دي سديم ۰/۰۳۰۴۳	۷/۴۱۵	۱/۱۷۹ گرم KH_2PO_4 + ۴/۳۰۳ گرم Na_2HPO_4 **
بورات سديم ۱۰ آبه (بوراكس)	۹/۱۸۳	۳/۸۰ گرم $Na_2B_4O_7, 10H_2O$ **
بيكربنات سديم ۰/۰۲ + كربنات سديم ۰/۰۲۵	۱۰/۰۱۴	۲/۰۹۲ گرم $NaHCO_3$+ ۲/۶۴۰ گرم Na_2CO_3
استاندارد هاي ثانويه :		
ترا اكسالات پتاسيم دو آبه ۰/۰۵	۱/۶۷۹	۱۲/۶۱ گرم $KH_3C_4O_8, 2H_2O$
هيدرواكسيد كلسيم (اشباع در ۲۵ درجه سلسيوس)	۱۲/۴۵۴	بيش از ۲ گرم $Ca(OH)_2$ *

* تقريبا قابل حل
** با آب مقطر تازه جوشيده و سرد شده تهيه كنيد . (فاقد دي اكسيد كربن)

جدول شمارة ۳- مقادير pH استاندارد

استانداردهاي اوليه								استانداردهاي ثانويه	
دما (^0C)	تارترات (اشباع)	سيترات (M*) (۰/۰۵)	فتالات (M) (۰/۰۵)	فسفات (۱:۱)	فسفات (۱:۳) (۰/۵)	بوراكس (M) (۰/۰۱)	بيكربنات - كربنات (M) (۰/۰۲۵)	تتراسالات (M) (۰/۰۵)	هيدروكسيد كلسيم (اشباع)
۰			٤/۰۰۳	۹۸۲ /٦	/٥۳٤ ۷	۹/٤٦۰	۱۰/۳۲۱	۱/٦٦٦	
٥			۳/۹۹۸	۹٤۹ /٦	/٥۰۱ ۷	۹/۳۹۲	۱۰/۲٤۸	۱/٦٦۸	
۱۰			۳/۹۹٦	۹۲۱ /٦	/٤۷۲ ۷	۹/۳۳۱	۱۰/۱۸۱	۱/٦۷۰	
۱٥			۳/۹۹٦	۸۹۸ /٦	/٤٤۹ ۷	۹/۲۷٦	۱۰/۱۲۰	۱/٦۷۲	
۲۰			۳/۹۹۹	۸۷۸ /٦	/٤۳۰ ۷	۹/۲۲۷	۱۰/۰٦٤	۱/٦۷٥	
۲٥	۳/٥٥۷	۳/۷۷٦	٤/۰۰٤	۸٦۳ /٦	/٤۱٥ ۷	۹/۱۸۳	۱۰/۰۱٤	۱/٦۷۹	/٤٥٤ ۱۲
۳۰	۳/٥٥۲		٤/۰۱۱	۸٥۱ /٦	/٤۰۳ ۷	۹/۱٤۳	۹/۹٦۸	۱/٦۸۳	
۳٥	۳/٥٤۹		٤/۰۲۰	۸٤۲ /٦	/۳۹٤ ۷	۹/۱۰۷	۹/۹۲۸	۱/٦۸۸	
۳۷			٤/۰۲٤	۸۳۹ /٦	/۳۹۲ ۷	۹/۰۹۳			
٤۰	۳/٥٤۷		٤/۰۳۰	۸۳٦ /٦	/۳۸۸ ۷	۹/۰۷٤	۹/۸۹۱	۱/٦۹٤	
٤٥	۳/٥٤۷		٤/۰٤۲	۸۳۲ /٦	/۳۸٥ ۷	۹/۰٤٤	۹/۸٥۹	۱/۷۰۰	
٥۰	۳/٥٤۹		٤/۰٥٥	۸۳۱ /٦	/۳۸٤ ۷	۹/۰۱۷	۹/۸۳۱	۱/۷۰۷	
٥٥	۳/٥٥٤		٤/۰۷۰					۱/۷۱٥	
٦۰	۳/٥٦۰		٤/۰۸٥					۱/۷۲۳	

٧٠	٣/٥٨٠		٤/١٢				١/٧٤٣		
٨٠	٣/٦٠٩		٤/١٦				١/٧٦٦		
٩٠	٣/٦٥٠		٤/١٩				١/٧٩٢		
٩٥	٣/٦٧٤		٤/٢١				١/٨٠٦		
* مول بر ليتر (mol/lit)									

٤-٢-٤ روش آزمون نمونه:

ابتدا به وسيلة همزدن نمونه از همگن بودن آن اطمينان حاصل كرده و به اين ترتيب بين الكترودها و نمونه تعادل برقرار سازيد.

ياد آوري ١- براي كاهش جذب دي اكسيد كربن هم زدن را به آرامي انجام دهيد.

براي نمونه هاي بافري شده يا محلولهاي با قدرت يوني زياد، الكترود هارا پس از تميز كردن به مدت يك دقيقه در نمونه قرار دهيد تا به تعادل برسد ، سپس خشك كرده و آنها را در يك ظرف ديگر حاوي همان نمونه قرار دهيد و pH را بخوانيد.

يادآوري ٢- در مورد محلول‌هاي رقيق كه به مقدار جزئي بافري باشند الكترود ها را سه يا چهار بار با فرو بردن متوالي در محلول‌هايي از يك نمونه به تعادل برسانيد ، براي اندازه گيري pH از نمونة تازه استفاده كنيد.

٤-٣ تعيين قليائيت به روش پتانسيومتري و رنگ سنجي

٤-٣-١ اصول

قليائيت معياري از توان آب براي پذيرفتن پروتونها مي باشد، كل قليائيت عموما از اجزاي بي‌كربنات كربنات و هيدروكسيد حل شده در آب ناشي مي شود و مقدار آن را به روش حجم سنجي با اسيد اندازه‌گيري مي‌شود.

يادآوري - نمونه‌ها بايد در ظروف پلي‌اتيلني جمع‌آوري وحداكثرتا ٢٤ ساعت بعد آزمايش شوند.

٤-٣-٢ مواد مورد نياز

محلول تقريبي كربنات سديم ٠/٠٥ نرمال:

دو تا سه گرم استاندارد اولية‌كربنات سديم (Na_2CO_3) را در دماي ٢٥٠ درجة سلسيوس به مدت چهار ساعت خشك‌كرده ودردسيكاتور خنك كنيد، ٠/٠١ ± ١/٢٥ از اين ماده را وزن كرده وبه حجم٥٠٠ ميلي ليتر برسانيد.

يادآوري - بهتر است اين محلول را حداكثر تا يك هفته استفاده كنيد.

محلول استاندارد اسيدسولفوريك يا اسيدكلريدريك استاندارد ٠/١ نرمال:

۳/۰ ميلي ليتر اسيدسولفوريك غليظ يا ۸/۲۸ ميلي ليتر اسيد كلريدريك غليظ را با آب مقطر به حجم يك ليتر رسانده و اين محلول را در مقايسه با ٤٠ ميلي ليتر محلول Na_2CO_3 ۰/۰۵ نرمال با حدود ٦٠ ميلي ليتر آب مقطر و باروش حجم سنجي پتانسيومتري تا حدود pH برابر پنج ، استاندارد كنيد.

الكترودها را بيرون آورده، و با آب مقطر بشويد سپس آنها را به آرامي مدت سه تا پنج دقيقه زير سرپوش شيشه اي بجوشانيد، pH را به ٤/٥ رسانده ونرماليته را به صورت زير محاسبه كنيد:

(N) نرماليته =(M)(S) / (26.5)(C)

كه در آن:

M = وزن كربنات سديم (Na_2CO_3) استفاده شده در داخل ظرف ٥٠٠ ميلي‌ليتري برحسب گرم

S = حجم محلول كربنات سديم (Na_2CO_3) مصرفي برحسب ميلي‌ليتر

C = حجم اسيد مصرفي بر حسب ميلي‌ليتر

- اسيد سولفوريك يا اسيد كلريدريك ۰/۰۲ نرمال:

۲۰۰ ميلي ليتر اسيد استاندارد ۰/۱۰۰ نرمال را با آب مقطر به حجم يك ليتر برسانيد . اين محلول را به كمك ٤٠ ميلي ليتر محلول كربنات سديم ($NaCO_3$) ۰/۰۵ نرمال و حدود ٦٠ ميلي‌ليتر آب در يك بشر با روش حجم‌سنجي پتانسيومتري تا pH حدود پنج ، استاندارد كنيد .

الكترودها را خارج كرده ، در همان بشر شستشو داده و محلول را به مدت سه تا پنج دقيقه زير درپوش شيشة ساعت با حرارت ملايمي بجوشانيد . سپس آن را در دماي اتاق سرد كرده ، شيشةساعت را در بشر بشويد و تيتراسيون را تا نقطة عطف يا نقطة تغيير رنگ شناساگر پيش ببريد .

نرماليتة محلول را يه كمك فرمول زير محاسبه نماييد:

نرماليته = A × B /(٥٣/٠٠ × C)

A = ميزان كربنات سديم وزن شده برحسب گرم در بالن يك ليتري

B = حجم محلول كربنات سديم تيتر شده بر حسب ميلي‌ليتر

C = حجم اسيد استاندارد مصرف شده بر حسب ميلي‌ليتر

از عدد نرماليتة محاسبه شده استفاده كنيد. يا اينكه آن را تا تقريب ۰/۱۰۰۰ نرمال گردكنيد.

يك ميلي‌ليتر از اين محلول ۰/۱۰۰۰ نرمال معادل ٥/٠٠ ميلي‌گرم كربنات كلسيم است .

- محلول شناساگرفنل فتالئين:

يك گرم فنل فتالئين را درآب مقطر حل كرده و به حجم ۱۰۰ ميلي ليتر برسانيد.

و يا يك گرم فنل فتالئين را در الكل اتيليك ۹۵ درصد حل كرده و با آن به حجم ۱۰۰ ميلي‌ليتر برسانيد .

- محلول شناسگرمخلوط:

۲۰ ميلي گرم نمك سديم متيل رد و ۱۰۰ ميلي گرم نمك سديم سبز بروموكروزول را در ۱۰۰ ميلي ليتر اتانول ۹۵ درصد يا آب مقطر حل كنيد.

- محلول شناساگرمتيل اورانژ:

۵۰ ميلي گرم پودر متيل اورانژ را در آب مقطر حل كرده و به حجم ۱۰۰ ميلي ليتر برسانيد.

۴-۳-۳ استاندارد كردن

۱۰/۰ ميلي ليتر محلول كربنات سديم (Na_2CO_3) ۰/۰۵ نرمال را در بشر ۱۲۵ ميلي ليتري ريخته و ۹۰ ميلي ليترآب مقطربه آن اضافه كنيد، سپس اين محلول را با اسيد سولفوريك ۰/۰۲ نرمال تا رسيدن به PH برابر ۴/۵ (روش رنگ سنجي يا دستگاه اندازه گيري pH) تيتر كنيد. (تقريبا ۲۴ ميلي ليترمصرف خواهد شد) در صورت عدم وجود رنگ يا كدورت تداخل كننده، مي‌توان از شناساگرهاي رنگي براي رديابي نقطة پاياني استفاده نمود.

نرماليتة اسيد را به صورت زير محاسبه كنيد:

(N) نرماليته = (M . 100) / [26.5 (C – B)]

كه در آن:

M = وزن Na_2CO_3 مورد استفاده در ظرف ۵۰۰ ميلي ليتري بر حسب گرم

C = حجم اسيد مصرفي براي استاندارد بر حسب ميلي‌ليتر

B = حجم اسيد مصرفي براي شاهد برحسب ميلي ليتر

يادآوري - روش بالا را با استفاده از ۱۰۰ ميلي ليتر آب مقطر به عنوان شاهد تكرار كنيد.

۴-۳-۴ روش كار

۱۰۰ ميلي ليتر از نمونة صاف نشده را در داخل بشر بريزيد، در صورتي كه قليائيت بالا بوده و به حجم بيشتر از ۲۵ ميلي ليتر تيتركننده نياز باشد، حجم نمونه را كمتر از ۱۰۰ ميلي ليتر انتخاب كنيد.

همزن مغناطيسي و الكترود را در داخل بشر قرار داده و شروع به هم زدن نماييد و مطمئن شويد كه همزن به الكترود برخورد نمي كند.

سپس pH اوليه ، حجم و دماي نمونه را يادداشت نماييد.

اگر pH اوليه بالاي ۸/۳ بود با استفاده از دستگاه اندازه گيري pH يا شناساگر تا pH برابر ۸/۳ تيتر نموده و حجم مصرفي اسيد سولفوريك ۰/۰۲ نرمال را يادداشت نماييد. اين نقطة پاياني نسبت به فنل فتالئين خواهد بود.

با استفاده از دستگاه اندازه گيري pH يا شناساگرتا pH برابر ٤/٥ يا نقطة پايانی مناسب تيتر نموده وحجم تيتركننده را يادداشت كنيد. اين نقطة پايانی معرف قليائيت كل مي باشد.

يادآوري - يك روش ديگر، استفاده از شناساگر هاي رنگي مي باشد.

٤-٣-٥ محاسبه

قليائيت برحسب $mg\ CaCO_3/L$ = [(A – B) . N(50000)] / S

كه در آن:

A = حجم اسيد استاندارد مصرفي براي نمونه بر حسب ميلي ليتر

B = حجم اسيد استاندارد مصرفي براي شاهد بر حسب ميلي ليتر

N = نرماليتة اسيد

S = ميلي ليتر نمونه

٤-٤ روش اندازه‌گيري سختي

طبق استاندارد شمارة ٢٣٦٥ ايران انجام گيرد.

٤- ٥ اندازه گيري يون كلريد به روش حجم سنجي با جيوه

اين روش براي اندازه گيري كلية غلظتهاي يون كلريد در آبهاي صنعتي(در صورتي كه مواد مزاحم با ميدان تغييرات زياد موجود نباشد) بخصوص براي تجزية آب ديگ بخار، آب تغذية ديگ بخار، آب برگشتي به ديگ بخار و ساير آبهاي صنعتي خالص كه غلظتهاي كم يون كلريد در آن بايد اندازه گيري شود به كار مي‌رود.

٤-٥-١ روش آزمون

طبق استاندارد ملي شمارة ٢٣٥٠ ايران انجام گيرد.

٤-٦ اندازه گيري سيليس به روش موليبدو سيليكات

٤-٦-١ اصول

سيليس (همراه با فسفاتها)، در pH تقريبا ١/٢ با موليبدات آمونيوم واكنش داده و اسيدهاي هتروپولي تشكيل مي‌دهند، سپس براي رفع مزاحمت اسيد موليبدو فسفريك، اسيد اكساليك اضافه مي‌شود.

محلول اسيد موليبدو سيليسيك (زرد رنگ) به روش اسپكتروفتومتري در طول موج٤١٠ نانومتر اندازه‌گيري مي‌شود. نمونه‌ها را در ظرفهاي پلاستيكي نگهداري كرده و حتي المقدور از ظرف شيشه‌اي پرهيز كنيد.

٤-٦-٢ مواد شيميايي مورد نياز

همه مواد شيميايي را در ظرفهاي پلي‌اتيلني نگهداري كنيد.

- اسيد كلريدريك (١:١):

حجم مساوي از اسيد كلريدريك و آب را با احتياط با يكديگرمخلوط كنيد.

- موليبدات آمونيوم:
۱۰ گرم از موليبدات آمونيوم $(NH_4)_6MO_7O_{24}.4H_2O$ راضمن هم‌زدن و گرم كردن ملايم، حل نموده و تا ۱۰۰ ميلي‌ليتر رقيق و در صورت لزوم صاف نماييد. براي پايدار كردن آن با سود يك نرمال pH مخلوط را بين ۷ الي ۸ تنظيم كنيد.
- اسيد اگزاليك:
۱۰ گرم $H_2C_2O_4.2H_2O$ را در آب مقطر حل كرده و تا حجم ۱۰۰ ميلي ليتر رقيق كنيد.
- محلول سيليس ۱۰۰۰ ميلي‌گرم در ليتر (محلول مادر)
تهية محلول استاندارد اكسيد سيليسيم (SiO_2) طبق استاندارد ملي شمارة ۳۱۹۹ انجام گيرد.

٤-٦-٣ استاندارد كردن

- دامنة غلظت:
يك الي ٤٠ ميلي‌گرم SiO_2 در ليتر
- روش كار روزانه:
يك ميلي ليترمحلول استاندارد مادررا با آب مقطر تا حجم ۱۰۰ ميلي ليتر رقيق كرده تا محلول ۱۰ ميلي‌گرم SiO_2 در ليتر تهيه شود.
دو استاندارد يك ميلي‌گرم در ۱۰۰ ميلي‌ليتر و دو شاهد آب مقطر را آماده كرده و در روش كار زير با آنها دقيقا مشابه نمونه ها عمل كنيد.

٤-٦-٤ روش كار

- نمونه‌ها، استانداردها و شاهدها را در ظرفهاي پلاستيكي سرپوش دار قرار داده و از ٥٠ ميلي‌ليترنمونه (يا مقدار رقيق شده تا ٥٠ ميلي ليتر استفاده كنيد.) يك ميلي ليتر محلول اسيد كلريدريك (۱:۱) وبه سرعت دوميلي‌ليتر موليبدات آمونيوم اضافه كنيد.
- با حداقل شش بار وارونه كردن مخلوط كنيد.
- پنج تا ۱۰ دقيقه محلول را به حال خود رها كنيد.
- ۱/٥ ميلي ليتر محلول اسيد اكساليك اضافه كرده و كاملا مخلوط نماييد.
- پس از دو دقيقه رنگ حاصل را با استفاده از اسپكتروفتومتر درطول موج ٤١٠ نانو متر اندازه گيري نماييد.

٤-٦-٥ محاسبه

$$\mathbf{mg\ SiO_2 / L = \{ (10 - 0) / (A_{st} - A_b) \} . (A_s - A_b) . df}$$

كه در آن:
A_s = جذب نمونه

A_b = جذب شاهد
df = ضريب رقت
A_{st} = جذب استاندارد
مثال: اگر نمونة ۱۰ درصد استفاده شود۱۰ = df اگر پنج درصد باشد df = ۲۰ خواهد بود.

٤-۷ اندازه‌گيري يون سولفيت به روش حجم سنجي

٤-۷-۱ اصول

نمونة اسيدي شده با تيترکننده استاندارد يدات - يديد پتاسيم تيتر مي شود. تيترکننده يد آزاد ايجاد کرده که با سولفيت موجود در نمونه واکنش مي‌دهد، وقتي که سولفيت مصرف مي‌شود يد اضافي با شناساگرنشاسته رنگ آبي توليد مي‌کند.

يادآوري - پس از نمونه برداري بايد هرچه زودتر آزمون غلظت سولفيت انجام گيرد.

٤-۷-۲ مواد شيميايي مورد نياز

- اسيد سولفوريک ٥٠ درصد (حجمي/حجمي) :

در زير هود و با احتياط ٥٠٠ ميلي ليتر اسيد سولفوريک غليظ را ضمن همزدن به ٥٠٠ ميلي ليتر آب مقطر اضافه کنيد.

يادآوري - در رقيق سازي اسيد هميشه اسيد را روي آب اضافه کنيد .

- تيترکننده استاندارد" يدات - يديد پتاسيم " :

مقدار کمي از استاندارد اوليه يدات پتاسيم (KIO_3) بدون آب را به مدت چهار ساعت در دماي ۱۲۰ درجة سلسيوس خشک نماييد، سپس در دسيکاتور قرار داده تا دماي آن به دماي محيط برسد.

٠/٤٤٥ گرم يدات پتاسيم (KIO_3)، ٤/٣٥ گرم KI و ٠/٣١٠گرم بي کربنات سديم ($NaHCO_3$) را در آب مقطر حل کرده و تا حجم يک ليتر رقيق کنيد. يک ميلي ليترآن برابر٥٠٠ ميلي گرم سولفيت مي‌باشد.

يادآوري - محلول **تيترکننده بايد شفاف و بدون کدورت بوده و رنگ آن زرد نباشد، (رنگ زرد در اثر اکسايش يونهاي يديد موجود در محلول به وسيلة هوا حاصل مي‌شود.)**

- محلول ا.د.ت.آ (EDTA[1]) :

٢/٥ گرم ا.د.ت.آ دي سديم را در ۱۰۰ ميلي ليتر آب مقطر حل کنيد.

يادآوري - در زمان نمونه برداري براي به حداقل رساندن اثرات مواد اکسيد کننده از اين محلول به عنوان تثبيت کننده استفاده نماييد.

- شناساگر نشاسته:

1- *Ethylenediaminetetraacetic acid*

يك گرم نشاسته قابل حل با خلوص آزمايشگاهي و چند ميلي ليتر آب مقطررا در بشر قرار دهيد، اين امولسيون را در ٤٠ ميلي ليتر آب مقطر جوشان ريخته و تا حدود٥٠ ميلي ليتر رقيق نماييد، سپس اجازه دهيد تا چند دقيقه بجوشد و در طول شب ته نشين شود ، مايع صاف شده را جدا كرده ودر بطري پلاستيكي در داخل يخچال نگهداري نماييد. اين محلول به مدت يك ماه پايدار خواهد ماند.

يادآوري - زماني كه نقطة پاياني بهجاي آبي خالص (پررنگ)، سبز يا قهوهاي شود. شناساگر غير قابل استفاده خواهد بود . شناساگر را ميتوان با يك گرم اسيد سالسيليك حفاظت نمود.

- اسيد سولفاميك:

از بي سولفيت آمونيوم (NH_2SO_3H) بلوري استفاده كنيد.

٤-٧-٣ استاندارد كردن

در اين روش انجام آزمون بر روي استاندارد ضروري نمي باشد ، با اين وجود دو شاهد ٥٠ يا ١٠٠ ميلي ليتري در طول آ زمايش مورد استفاده قرار مي گيرد .

٤-٧- ٤ روش كار

نمونه را به صورت تازه ودردماي پايينتر از٥٠ درجة سلسيوس جمع آوري و در كلية مواقع تماس با هوا را به حداقل رسانده سپس يك ميلي ليتر محلول ا.د.ت.آ براي هر ١٠٠ ميلي ليتر نمونه اضافه كرده و سريع آن را آزمايش نماييد.

- يك ميلي ليتر اسيد سولفوريك ٥٠ درصد را به درون ارلن ٢٥٠ ميلي‌ليتري ريخته و ٠/١ گرم بلور اسيد سولفاميك را براي از بين بردن اثرات تداخلي نيتريت به آن اضافه كنيد.

- ٥٠ الي ١٠٠ ميلي ليتر از نمونه را طوري به داخل بالن بريزيد كه با هوا تماس نداشته باشد، براي اين كار نوك پيپت را زير سطح مايع قرار دهيد.

- ضمن هم‌زدن ، سريع با محلول استاندارد يدات پتاسيم ($KI-KIO_3$) تيتر نماييد، تا رنگ آبي ظاهر شده باقي بماند، نقطة پاياني آزمايش ايجاد رنگ آبي پايدار است.

يادآوري - نمونه راصاف ننماييد.

٤-٧-٥ محاسبه

- سولفيت موجود در نمونه را به صورت زير محاسبه كنيد :

$$mg\ SO_3^{2-} / L = [(A - B) . N (40000)] / (\text{ميلي ليتر نمونه})$$

كه در آن:

A = حجم تيتر كنندة مصرفي براي نمونه بر حسب ميلي‌ليتر

B = حجم تيتر كنندة مصرفي براي شاهد بر حسب ميلي‌ليتر

N = نرماليتة تيتركننده يدات - يديد پتاسيم ($KI-KIO_3$)

يادآوري - نرماليته معمولا ٠/٠١٢٥ ميباشد.

٤-٨ اندازه گيري يون آهن به وسيلة اسپكترو فتومتر جذب اتمي

طبق استاندارد ملي شمارة ٢٣٥٤ ايران انجام گيرد.

٤-٩ اندازه گيري يون مس به وسيلة اسپكتروفتومتر جذب اتمي

طبق استاندارد شمارة ٢٣٥٤ ايران انجام گيرد .

٤-١٠ اندازهگيري يونفسفات با واكنشگر اسيداسكوربيك (روش Murphy- Riley)

٤-١٠-١ اصول

اورتو فسفات موجود در نمونه در حضور اسيد موليبديك، اسيد اسكوربيك و آنتيموني به كمپلكس آبي رنگ موليبدات تبديل ميشود،رنگ كمپلكس ايجاد شده در طول موج٨٨٠ نانومتررا اندازهگيري نماييد.

٤-١٠-٢ مواد مورد نياز

- محلول آرمسترانگ:

١٢٢ ميلي ليتر اسيدسولفوريك غليظ را با آب مقطر تا ٨٠٠ ميلليتر رقيق نماييد. در حالي كه محلول هنوز داغ است ١٠/٥ گرم موليبدات آمونيوم و ٠/٣ گرم تارتارات پتاسيم آنتيموان اضافه كرده و با دادن حرارت حل نماييد، سپس آن را خنك نموده و با آب مقطر به حجم يك ليتر برسانيد. اين محلول به مدت زيادي ميتواند پايدار بماند.

- محلول اسيد اسكوربيك:

سه گرم اسيد اسكوربيك را در ١٠٠ ميلي ليتر آب مقطر حل كنيد.

يادآوري - اين محلول فقط براي مدت يك هفته در يخچال پايدار مي ماند.

- اسيد كلريدريك(١:١):

با احتياط ٥٠٠ ميلي ليتر اسيد كلريدريك غليظ را به ٥٠٠ ميلي ليتر آب مقطر اضافه نموده و خنك نماييد.

يادآوري - تا زماني كه رنگ محلول زرد نشده است ميتوان از اين محلول استفاده نمود.

- محلول استاندارد فسفات پتاسيم (محلول مادر):

سه الي چهار گرم K_2HPO_4 بدون آب با خلوص آزمايشگاهي را به مدت يك ساعت در دماي ١٠٣ درجة سلسيوس خشك كنيد، دقيقا ٢/٨١ گرم از اين نمك خشك شده را در آب مقطر حل كرده و به حجم ٥٠٠ ميلي ليتر برسانيد.

يادآوري - اين محلول تا مدت شش ماه پايدار ميماند.

1/00 ml = 1 mg PO_4^{-3} -p

٤-١٠-٣ استاندارد كردن

- منحني استاندارد ١٠ تا ١٠٠ ميكروگرم در ليتر
- روش استاندارد كردن روزانه:

يك ميلي‌ليتراز محلول مادر يك ميلي‌گرم در ميلي‌ليتر PO_4^{3-}-P را تا ۱۰۰ ميلي ليتر رقيق كنيد، اين محلول ۱۰ ميلي گرم بر ليتر ميباشد.

- يكي از استانداردهاي زير را استفاده كنيد، استانداردهايي را انتخاب نماييد كه به غلظت نمونة شما نزديك باشد.

غلظت نهايي

ميلي ليتر محلول ۱۰ ميلي‌گرم در ليتر

۱۰۰ µg/L ml

۲/۰ رقيق شده تا ۲۰۰ ml

۲۰۰ µg/L

٤/۰ ml رقيق شده تا ۲۰۰ ml

- دو نمونه استاندارد ۵۰ ميلي ليتر را آماده كنيد. همچنين دو نمونه شاهد ۵۰ ميلي‌ليتر آب مقطر را نيز تهيه نماييد. در روش زير با استانداردها و شاهدها همانند نمونه عمل كنيد.

- اختلاف جذب استاندارد نمونه ۱۰۰ ميكروگرم برليتر وشاهد با سل پنج سانتيمتري در طول موج ۸۸۰ نانومتربايد در دامنة ۰/۲۹۸ الي ۰/۳۲۰ باشد . اگر جذب استاندارد در اين دامنه واقع نگردد در آزمايش اشكالي وجود دارد و بايستي رديابي شود.

٤-۱۰-٤ روش كار

- تمامي ظروف شيشه اي را با اسيد كلريدريك شش نرمال شسته و سپس چهار الي پنج بار با آب مقطر شستشو نماييد .

- ۵۰ ميلي ليتر از نمونه را در ارلن ۱۲۵ ميلي‌ليتري بريزيد. فقط از نمونة صاف شده استفاده نماييد.

- پنج ميلي‌ليتر محلول آرمسترانگ و يك ميلي‌ليترمحلول اسيد آسكوربيك اضافه كنيد، با تكان دادن كاملا مخلوط نماييد.

- مدت ۲۰ دقيقه به حال خود باقي‌مانده سپس جذب را در مقابل شاهد آب مقطردر طول۸۸۰ نانومتر و با استفاده از سل يك يا پنج سانتيمتري اندازه‌گيري و نوع سل را يادداشت كنيد.

- در صورت وجود ضرورت جذب نمونه را با اضافه كردن محلول آرمسترانگ (بدون اضافه كردن اسيد آسكوربيك) اندازه گيري كرده تا ضريب تصحيح كدورت به دست آيد.

- تصحيح كدورت را در صورت وجود از جذب نمونه كم كرده و اين جذب تصحيح شده را در فرمول منحني استاندارد قرار داده تا ميكروگرم PO_4^{3-}-P/L به دست آيد.

٤- ١٠ -٥ محاسبه

اورتو فسفات موجود در نمونه را به صورت زیر محاسبه کنید:

$\mu g\ PO_4^{3-} / L = \{ (١٠٠-٠) (df)(A_s-A_b) / (A_{st}-A_b) \}$

یا $\{ (٢٠٠-٠) (df)(A_s-A_b) / (A_{st}-A_b) \}$

که در آن :

A_s= جذب نمونه

A_b جذب شاهد

df = ضریب ترقیق

A_{st} = درصد جذب استاندارد

مثال : اگر نمونة ١٠ درصد استفاده شود١٠ = df اگر پنج درصد باشد df = ٢٠ خواهد بود.

٤-١١ اندازه گیري اکسیژن محلول[1] (DO) به روش اصلاح شده وینکلر[2]

٤-١١-١ اصول

در این روش محلول منگنز دو ظرفیتي و سپس یك مادة قلیایي قوي به نمونه اضافه مي‌شود. اکسیژن محلول منگنز دو را به هیدرواکسیدهاي بازي با ظرفیت بالاتر اکسید مي‌کند، وقتي که محلول در حضور ید اسیدي مي شود منگنز اکسید شده دوباره به حالت دو ظرفیتي بر مي‌گردد. ومقداري ید معادل مقدار اکسیژن محلول آب آزاد مي‌شود. سپس مقدار ید به وسیلة حجم‌سنجي با محلول تیوسولفات استاندارد شده تعیین مي‌گردد.

٤-١١-٢ مواد شیمیایي مورد نیاز

- محلول سولفات منگنز:

٣٦٤ گرم سولفات منگنز($MnSO_4, H_2O$)را در آب مقطر حل کرده و تا حجم یك لیتر رقیق نمایید. در صورتي که بطور کامل حل نشود نمونه را صاف نمایید .

- " مجلول آزید_ یدید_ قلیا " :

٥٠٠ گرم هیدروکسید سدیم (NaOH)جامد و ١٣٥ گرم یدید سدیم (NaI)را در آب مقطر حل کرده و تا یك لیتر رقیق نمایید. به این محلول ١٠ گرم آزید سدیم (NaN_3)حل شده در ٤٠ میلي لیتر آب مقطر اضافه کنید.

- اسید سولفوریك غلیظ (حدود ٣٦ نرمال):

در این صورت یك میلي‌لیتراین محلول معادل حدود سه میلي لیتر محلول آزید- یدید- قلیا مي‌باشد.

- شناساگر نشاسته:

طبق بند ٤-٧-٢ این استاندارد عمل کنید.

- محلول مادر تیوسولفات سدیم ٠/١٠ نرمال :

1- Dissolved oxygen

2- Winkler azide

۲٤/۸۱۸ گرم تيوسولفات سديم ($Na_2S_2O_3.5H_2O$) را در آب مقطر جوشيده وسرد شده حل كرده و تا حجم يك ليتر رقيق كنيد. اين محلول را با اضافه كردن پنج ميلي‌ليتر كلروفرم يا يك گرم NaOH براي هر ليتر حفاظت كنيد.

- محلول استاندارد تيوسولفات سديم ($Na_2S_2O_3$) ۰/۰۲۵ نرمال:

۲۵۰ ميلي‌ليتر محلول استاندارد مادررا تا حجم يك ليتر رقيق كنيد دقيقا يك ميلي‌ليتر ازمحلول ۰/۰۲۵ نرمال معادل ۲۰۰ ميكروگرم اكسيژن حل شده در ليتر است.

٥ دي كرومات پتاسيم استاندارد ۰/۰۲۵ نرمال:

تقريبا دو الي سه گرم دي كرومات پتاسيم ($K_2Cr_2O_7$) را به مدت دو ساعت در دماي ۱۰۳ درجة سلسيوس خشك كرده و ۱/۲۲٦ گرم خشك شدة آن را در آب مقطر حل كرده و تا حجم يك ليتر رقيق نماييد.

- اسيد سولفوريك ۱۰ درصد (حجمي/ حجمي):

با احتياط ٥۰ ميلي ليتر اسيد سولفوريك غليظ را به ۳۰۰ ميلي ليتر آب مقطر اضافه كنيد. سپس آن را خنك نموده و تا حجم ٥۰۰ ميلي‌ليتر رقيق نماييد.

- يديد پتاسيم:

از بلور هاي KI استفاده كنيد.

٤-۱۱-۳ استاندارد كردن

- استاندارد كردن تيوسولفات:

تقريبا دو گرم KI (عاري از يدات) را در ٥۰ ميلي‌ليتر آب مقطر در ارلن ٥۰۰ حل كنيد. ۱۰ ميلي ليتر از اسيد سولفوريك ۱۰ درصد و سپس دقيقا ۲۰ ميلي‌ليتراز دي‌كرومات پتاسيم ($K_2Cr_2O_7$) ۰/۰۲۵ نرمال به آن اضافه كنيد. براي پنج دقيقه در محل تاريك قرار دهيد، سپس آن را با آب مقطر به حجم ٤۰۰ ميلي ليتر برسانيد و با محلول ۰/۰۲۵ نرمال تيوسولفات سديم تيتر كنيد.

[(ميلي ليترتيوسولفات استفاده شده) / (۲۰) (۰/۰۲۵)] = نرماليته $Na_2S_2O_3$

٤-۱۱-٤ روش كار

- بطري ۳۰۰ ميلي ليتري (BOD)[1] را با نمونه آبكشي كنيد . نمونه را با استفاده از نمونه برداري برگشتي[2] با يك لولة لاستيكي كه از بالا تا پايين بطري طول داشته باشد در داخل بطري BOD بريزيد. پايان لولة لاستيكي بايستي در هنگام پرشدن بطري زير سطح آب قرار گيرد. به مقدار حداقل يك سوم حجم بطري، آب بايستي از بالاي بطري سرريز

۱- آزمايش BOD مقدار نسبي اكسيژن لازم براي اكسيداسيون بيولوژيكي فاضلابها ، پسابها و آبهاي آلوده را تعيين مي كند.

1- Biochemical oxygen demand

2- Reversing

شود . پس از بالا آمدن کلیة حباب هاي هوا سرپوش بگذارید . دماي نمونه را یادداشت کرده و سرپوش شیشه را برداشته دو میلي لیتر $MnSO_4$ و دومیلي لیتر محلول آزید- یدید- قلیا به آن اضافه کنید. این مواد را به وسیلة پیپت زیر سطح نمونه وارد کنید، سرپوش را دوباره گذاشته و دقت نمایید هوایي در داخل بطري محبوس نشود. با حداقل ۱۵ بار وارونه کردن بطري محلول را مخلوط کنید . اجازه دهید که توده[1] ته نشین شود و دو باره وارونه نمایید و مجددا اجازه دهید تا توده ته نشین شده سپس سرپوش را بردارید. سریع دو میلي لیتر اسید سولفوریك غلیظ را با جریان دادن از دهانة بطري وارد کرده و سرپوش را بگذارید تا انحلال کامل گردد. نمونه هاي ذخیره شده در این مرحله را به مدت حداکثر چهار تا هشت ساعت دور از نور خورشید نگهداري و بلافاصله تیتر کنید. ۲۰۳ میلي لیتر نمونه را به ارلن مایر ۲۵۰ وارد کنید . بورت را با تیوسولفات سدیم ۰/۰۲۵ نرمال آبکشي کرده و تا بروز رنگ زرد کمرنگ در مقابل یك زمینة سفید تیتر نمایید . سپس یك تا دو میلي لیتر محلول نشاسته به آن اضافه کرده و آزمایش را تا زماني که رنگ آبي محلول از بین برود ادامه دهید.

یادآوري ۱ - تیتراسیون بي‌درنگ انجام شود. و تیوسولفات سدیم بایستي نسبتا سریع اضافه گردد. در نقطة پایاني محلول باید حداقل ۲۰ ثانیه بي رنگ باقي بماند.

- یك میلي لیتر تیوسولفات سدیم ۰/۰۲۵ نرمال معادل ۲۰۰ میکرو گرم DO مي‌باشد، بنابر این اگر ۲۰۳ میلي لیتر نمونه (۲۰۰ میلي لیتر نمونة اولیه) تیتر شود یك میلي لیتر تیوسولفات سدیم ۰/۰۲۵ نرمال برابر ۱/۰mg O_2/L برحسب DO مي‌باشد.

٤-۱۱-٥ محاسبه

N / ۰/۰۲۵)

) (میلي لیتر $Na_2S_2O_3$ استفاده شده) = DO

یادآوري - نرمالیتة $Na_2S_2O_3$ **باید مرتباً کنترل نموده تا تصحیح مناسب DO اندازه‌گیري شده را بتوان انجام داد.**

٤-۱۲ اندازه‌گیري هیدرازین به روش اسپکترو فتومتري (٤-دي متیل آمینو بنزوآلدهید)

حداکثر میزان نمونة مورد آزمون در یك مرحله ۲۰ میلي‌لیتربوده ودامنة این روش ۰/٥ تا پنج میلي‌گرم در لیتر مي‌باشد.

٤-۱۲-۱ اصول

3- flock

هيدرازين با ٤- دي متيل آمينو بنزوآلدهيد واكنش داده و نمكهاي اسيدي آزين را كه در محلولهاي غليظ به رنگ قرمز پر رنگ و در محلولهاي رقيق به رنگ زرد هستند توليد مي كند.

٤-١٢-٢ مزاحمت ها

در شرايط اين آزمون حضور ١٠٠ ميكروگرم از آمونياك، سيكلو هگزيل آمين، مورفولين، اكتا دسيل آمين، آهن، مس، نيكل و همچنين ٥٠٠٠ ميكروگرم از كلريد، سولفات و فسفات به صورت جداگانه يا باهم مزاحمت مهمي را ايجاد نخواهد كرد.

٤-١٢-٣ واكنشگر هاي لازم

- محلول ٤ - دي متيل آمينو بنزو آلدهيد:

٤/٠ گرم از ٤ - دي متيل آمينو بنزو آلدهيد را در ٢٠٠ ميلي ليتر از متانول و ٢٠ ميلي ليتر از اسيد كلريدريك غليظ ٣٦ درصد (جرمي / جرمي) ١١ نرمال حل كنيد. سپس آن را در شيشه يا بطري رنگي و دور از تابش مستقيم نور نگهداري نماييد.

- محلول اسيد كلريدريك ٠/٥ نرمال

- محلول متانول / اسيد كلريدريك:

٢٠ ميلي ليتر از اسيدكلريدريك غليظ ٣٦ درصد (جرمي / جرمي) را با ٢٠٠ ميلي ليتر متانول مخلوط كنيد.

- محلول استاندارد هيدرازين(محلول مادر) :

٠/٠٨٢ گرم از دي هيدرو كلريد هيدرازين ($N_2H_4.2HCl$)را در اسيد كلريدريك ٠/٥ نرمال حل كرده و تا حجم يك ليتر با آب مقطر رقيق نماييد. هر يك ميلي‌ليتراز اين محلول حاوي ٢٥ ميكروگرم هيدرازين مي‌باشد .

- محلول استاندارد هيدرازين [1]:

يك ميلي ليتر از محلول هيدرازين (محلول مادر) را با ١٠٠ ميلي ليتر اسيد كلريدريك ٠/٥ نرمال مخلوط كنيد كه يك ميلي‌ليتراز اين محلول برابر ٠/٢٥ ميكروگرم هيدرازين مي باشد.

٤-١٢-٤ نمونه برداري

اگر دماي نمونه بيش از ٢٥ درجة سلسيوس باشد بايد دماي آن را توسط يك كويل سردكننده به ١٥ تا ٢٥ درجة سلسيوس برسانيد. خروجي كويل سردكننده را به يك بطري درپوش‌دار٢٥٠ ميلي‌ليتري طوري وارد كنيد كه تقريبا تا انتهاي آن برسد سپس اجازه دهيد آب تا زماني كه مقدارنمونة مورد نظر به دست آيد جريان پيدا كند. پس از آن درب بطري را به آرامي بسته طوري كه حباب يا هوايي

1- Hydrazin wor;ing solution

در بطري وارد نشود، سريع آن را به آزمايشگاه انتقال داده و بدون تأخير آزمايش كنيد.

٤-١٢-٥ آماده سازي نمودار كاليبراسيون

حجم هاي دقيقي از محلول استاندارد هيدرازين شامل ٠ ، ١ ، ٢ ، ٣ ، ٤ ، ٥ ميكروگرم را اندازه گرفته و در داخل يك سري از ظرفهاي حجمي ٥٠ ميلي ليتري كاملا خشك بريزيد، سپس به هريك ١٥ ميلي ليتر اسيدكلريدريك ٠/٥ نرمال اضافه كرده و با آب مقطر هر يك از حجمها را تا ٢٨ ميلي‌ليتررقيق‌كنيد، درپوش آن را قرار داده و كاملا مخلوط نماييد. دماي هر كدام از ظرفها بايد بين ٢٠ و ٢٥ درجة سلسيوس باشد. به هركدام از ظرفها به ميزان ١٠ ميلي ليتر از محلول ٤- دي متيل آمينو بنزو آلدهيد افزوده و بگذاريد١٠ دقيقه بماند. پس از اين مدت، جذب هركدام از محلولها را با سلهاي ٤٠ ميلي متري در دماي بين ٢٠ تا ٢٥ درجة سلسيوس توسط يك اسپكتروفتومتر با طول موج ٤٥٨ نانومتر اندازه‌گيري كنيد. پس از انجام مراحل بالا يك محلول شاهد بدون حضور هيدرازين از محلول استاندارد تهيه كرده و نمودار جذب خالص را بر اساس ميكروگرم هيدرازين رسم نماييد.

يادآوري - از آب به عنوان يك سل جبراني استفاده كنيد.

٤- ١٢ - ٦ روش كار

حجم مناسبي از نمونه (بيشتراز٢٠ ميلي ليتر نباشد) را در داخل يك استوانة مدرج دربدار٥٠ ميلي ليتري بريزيد، سپس ١٥ ميلي ليتر از اسيدكلريدريك ٠/٥ نرمال به آن اضافه نموده و با آب مقطر حجم آن را به ٣٨ ميلي‌ليتر برسانيد، دما را با دقت يك درجة سلسيوس با دماي منحني كاليبراسيون تنظيم نماييد. پس از آن ١٠ ميلي ليتر از محلول ٤- دي متيل آمينو بنزو آلدهيد به آن اضافه كرده و با آب مقطر حجم آن را به ٥٠ ميلي ليتر برسانيد و آن را به طور كامل مخلوط نموده بگذاريد ١٠ دقيقه بماند. در مرحلة نهايي ميزان جذب محلول نمونه ومحلول شاهدرا درسلهاي چهارسانتي‌متري به‌وسيلة اسپكتروفتومتراندازه‌گيري نماييد. دقت شود كه دما بيش ازيك درجة سلسيوساختلاف نداشته باشد.

براي حذف اثر رنگ نمونه يك حجم مساوي با نمونة مورد آزمون برداشته و قبل از هر گونه اقدامي ١٠ ميلي ليتر مخلوط (اسيد كلريدريك / متانول) اضافه كرده و حجم آن را با آب مقطر به ٥٠ ميلي ليتر رسانده و جذب آن را اندازه گيري نماييد .

٤-١٢-٧ محاسبه

عدد خوانده شده براي محلول شاهد و جبراني رنگ را از هم كم كرده و از عدد به دست آمده براي محلول نمونه با

استفاده از منحني كاليبراسيون ميزان هيدرازين در نمونه را بخوانيد .

$$mg / L \ N_2H_4 = m/ v$$

كه در آن :

m = جرم هيدرازين در نمونة مورد آزمون بر حسب ميكروگرم

v = حجم نمونة مورد آزمون بر حسب ميلي ليتر

٤-١٣ اندازه‌گيري كل جامدات محلول ،خشك شده در ١٨٠ درجةسلسيوس به روش وزني(TDS)[1]

اصول : نمونه‌اي كه خوب مخلوط شده از ميان صافي پشم شيشه استاندارد عبور داده مي شود و محلول زير صافي در يك بوتةچيني با وزن معلوم تا نزديك به خنك شدن تبخير گشته و در دماي ١٨٠ درجة سلسيوس تا رسيدن به وزن ثابت خشك مي‌شود .اضافه وزن ظرف كل جامدات محلول را نشان مي‌دهد.

٤-١٣-١ روش كار

- آماده سازي كاغذ صافي پشم شيشه:

كنارة كاغذ صافي را جمع كرده و داخل صافي قرار دهيد . با استفاده از خلاء صافي را با سه حجم ٢٠ ميلي‌ليتري آب مقطر بشويد . مكش را ادامه دهيد تا تمام آب كشيده شود.

- آماده‌سازي ظرف تبخير:

ظرف تميزي را در گرمخانه به مدت يك ساعت با دماي ١٨٠ درجه سلسيوس حرارت دهيد . ظرف را تا موقع استفاده در دسيكاتور گذاشته و قبل از انجام آزمايش آنهارا وزن كنيد.

- انتخاب صافي و حجم نمونه :

حجم نمونه را طوري انتخاب كنيد كه باقيماندة خشك آن بين ١٠ تا ٢٠٠ ميلي‌گرم باشد. در صورتي كه صاف كردن بيش از ده دقيقه طول بكشد ، از صافي بزرگتري استفاده كنيد و يا حجم نمونه را كاهش دهيد.

- آزمايش نمونه:

نمونة اولية را با همزن مغناطيسي هم زده و درحين همزدن حجم معيني از نمونه را با پيپت برداشته و در صافي پشم شيشه كه به پمپ خلاء متصل مي‌باشد بريزيد .سپس جامدات صاف شدة روي صافي را سه بار وهربار با ١٠ ميلي‌ليتر آب مقطر بشويد. مكش را حدود سه دقيقه پس از اتمام صاف كردن ادامه دهيد تا آب شستشو كاملا خارج شود .كل محلول را به يك ظرف تبخيري كه قبلا خشك و وزن شده است انتقال وتا نزديك خشك شدن روي حمام بخار حرارت دهيد. بعد ازتبخير شدن محلول، ظرف را حداقل مدت يك ساعت در دماي

1- Total dissolved solids

۱۸۰ درجة سلسيوس حشك كرده و پس از قرار دادن در دسيكاتور ورسيدن به دماي ثابت آنرا وزن كنيد.

۴-۱۳-۲ محاسبه

حجم نمونه (ميلي‌ليتر) /{۱۰۰۰ *
(A-B) }= ميلي‌گرم در ليتر كل جامدات محلول
A= وزن باقيماندة خشك + ظرف ، برحسب ميلي‌گرم
B = وزن ظرف (ميلي‌گرم)

۴-۱۴ اندازه‌گيري كل جامدات محلول ،خشك شده در ۱۸۰ درجةسلسيوس به روش هدايت سنجي (TDS)

دامنة اين روش براي اندازه گيري باقيماندة تبخير تا حداكثر ۱۰۰۰۰ ميلي گرم بر ليتر از مواد جامد باقيمانده است .

يادآوري - مواد جامد غير يونيزه در محاسبة باقيماندة تبخير به حساب نمي آيد.

۴-۱۴-۱ اصول

هدايت الكتريكي را طبق بند ۴-۱ اين استاندارد اندازه گرفته و آن را با يك ضريب تبديل تجربي به غلظت كل املاح يونيزه شده بر اساس ميلي‌گرم درليتر تبديل كنيد.

يادآوري - براي اغلب آبها هدايت الكتريكي را بر اساس ميلي زيمنس بر متر در دماي ۲۵ درجة سلسيوس به دست آورده و در يك ضريب تبديل كه در دامنة ۵/۵ تا ۸ مي باشد ضرب مي كنيم.

۴-۱۴-۲ واكنشگر ها

طبق بند ۴-۱-۲ اين استاندارد تهيه شود.

۴-۱۴-۳ دستگاهها

طبق بند ۴-۱-۱ اين استاندارد مي‌باشد.

۴-۱۴-۴ نمونه برداري و نمونه ها

نمونه ها بايد با كمترين فاصله آزمايش شوند. نمونه‌هاي اسيدي و يا نمونه هاي بازي ابتدا بايد در حضور فنل فتالئين خنثي شود. اين كار را با چند قطره از اسيداستيك پنج درصد (جرمي/جرمي) يا سود پنج درصد (جرمي/جرمي) انجام دهيد.

هدايت محلول خنثي بايد به طور معمول اندازه‌گيري شده و درصورت نياز اثر ميزان رقيق سازي نمونه منظور شود.

۴-۱۴-۵ ضريب تبديل

ضريب تبديل از طريق اندازه‌گيري همزمان هدايت الكتريكي و باقيماندة تبخير به روش وزني به دست خواهد آمد.

TDS (mg /L) = (هدايت الكتريكي) (ضريب تبديل)

يادآوري - هنگامي كه ضريب تبديل به صورت تجربي در دسترس نباشد، از ضريب تبديل۶/۷ استفاده مي‌شود. در اين حالت نتايج بدست آمده تقريبي خواهد بود.

۴-۱۴-۶ روش كار

هدايت الكتريكي نمونة مورد آزمون را طبق بند ٤-١ اين استاندارد اندازه‌گيري كرده و سپس آن را طبق بند ٤-١٤-٤ خنثي نماييد. نتيجه را بر اساس ميلي‌زيمنس برمتر در ٢٥ درجة سلسيوس گزارش كنيد .

٤-١٤-٧ گزارش نتيجه

كل مواد باقيماندة تبخير بر حسب ميلي‌گرم در ليتر محاسبه مي شود. براي اين منظور هدايت الكتريكي به دست آمده بر حسب ميلي زيمنس بر متر در دماي ٢٥ درجة سلسيوس را در ضريب تبديل ضرب نماييد.

يادآوري ١ - زماني كه ضريب تبديل به صورت اختياري انتخاب شود معمولا آن را ٦/٧ در نظر گرفته و براي اغلب آب ها بر اساس ذرات يون سولفات سديم محاسبه مي شود .

يادآوري ٢- زماني كه واحد هدايت الكتريكي ميلي زيمنس بر متر نباشد ضريب تبديل ديگر ٦/٧ نخواهد بود.

يادآوري ٣- زماني كه از ضريب تبديل به دست آمده به صورت تجربي استفاده شود باقي ماندةتبخير حاصل حقيقي‌ترمي باشد.

يادآوري ٤- اگر هدايت سنج تجارتي در دسترس باشد چون اين هدايت سنجها داراي يك ضريب تبديل ثابتي مي باشند با استفاده از آنها مي توان به صورت مستقيم باقيماندة تبخير را بر حسب ميلي گرم در ليتر به دست آورد . البته ممكن است اين ضريب تبديلها با توجه به مدلهاي متفاوت باهم تفاوت داشته باشند. آنچه كه مسلم است بهتراست اين ابزار را با استفاده از محلولهايي كه داراي باقيماندة تبخير مشخصي مي باشند كنترل كرد.

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

۶۴۲۷_

Water Quality - Boiler Feed Water

And Boiler Water - Test Methods

1st. Revision