

سازمان حفاظت محیط زیست ایران

بخش شیمی آزمایشگاه مرجع

دستورالعمل آزمایش تعیین اکسیژن محلول
به روش اصلاح با آزاید

**Determination of Dissolved Oxygen
(Azide Modification Method)**

تهیه کنندگان :

زهرا ملک سیاه چشم

لاله طالبی

سمیه دانش منفرد

مریم خدادادیان

نسخه :

۱۳۸۸ - ۰۰

۱- کلیات :

یدومتری دقیق ترین و مطمئن ترین روش حجم سنجی برای اندازه گیری اکسیژن محلول است. اساس کار، افزودن محلول منگنز دو ظرفیتی و در پی آن یک قلیای قوی به نمونه موجود در یک بطری شیشه ای در بسته می باشد. اکسیژن نمونه هیدروکسید منگنز موجود را اکسید می کند سپس در حضور یونهای یدید در محلول اسیدی، منگنز اکسید شده به حالت اولیه خود باز میگردد. این عمل همراه با آزاد شدن مقدار ید معادل DO اولیه میباشد که توسط محلول استاندارد تیوسولفات تیترو می شود. نقطه پایانی واکنش توسط شناساگر نشاسته مشخص می گردد.

۲- تجهیزات :

۱-۲: پیپت

۲-۲: بورت

۳- مواد مصرفی :

۱-۳: محلول سولفات منگنز :

۴۸۰ گرم سولفات منگنز چهار آبه ($MnSO_4 \cdot 4H_2O$) یا ۴۰۰ گرم سولفات منگنز ۲ آبه و یا ۳۶۴ گرم سولفات منگنز تک آبه را در آب مقطر حل کرده، محلول را صاف نموده و سپس به حجم یک لیتر برسانید. محلول سولفات منگنز اگر به محلول یدید پتاسیم اسیدی شده اضافه گردد نباید با چسب نشاسته تشکیل رنگ دهد.

۲-۳: واکنشگر آزید- یدید قلیایی :

۱-۲-۳: برای نمونه های اشباع یا زیر اشباع :

۵۰۰ گرم هیدروکسید سدیم (یا ۷۰۰ گرم هیدروکسید پتاسیم) و ۱۳۵ گرم یدید سدیم (یا ۱۵۰ گرم یدید پتاسیم) را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱ لیتر برسانید. ۱۰ گرم NaN_3 حل شده در ۴۰ میلی لیتر آب مقطر را به محلول اضافه کنید. می توان از نمکهای سدیم و پتاسیم به جای یکدیگر استفاده نمود. این واکنشگر وقتی که رقیق و اسیدی شده باشد نباید با محلول نشاسته رنگین شود.

۳-۲-۲: برای نمونه های فوق اشباع:

۱۰ گرم NaN_3 را در ۵۰۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. ۴۸۰ گرم هیدروکسید سدیم و ۷۵۰ گرم یدید سدیم به محلول اضافه کرده و بهم بزنید تا کاملاً حل شود. محلول حاضر به دلیل وجود کربنات سدیم کدورتی سفید رنگ خواهد داشت.

۳-۳: اسید سولفوریک غلیظ: ۱ میلی لیتر اسید سولفوریک غلیظ معادل ۳ میلی لیتر محلول آزاید-یدید قلیایی می باشد.

۳-۴: نشاسته:

از محلول آبی و یا از مخلوط های پودر قابل انحلال نشاسته استفاده کنید، ۲ گرم نشاسته قابل انحلال از نوع آزمایشگاهی و ۰/۲ گرم اسید سالیسیلیک را به عنوان نگهدارنده در ۱۰۰ میلی لیتر آب مقطر داغ حل کنید.

۳-۵: محلول تیترا کننده تیوسولفات سدیم استاندارد ۰/۰۲۵ مولار:

۶/۲۰۵ گرم تیوسولفات سدیم ۵ آبه را در آب مقطر حل کنید. ۱/۵ میلی لیتر هیدروکسید سدیم ۶ نرمال یا ۰/۴ گرم هیدروکسید سدیم جامد را به محلول اضافه کرده به حجم ۱ لیتر برسانید. این محلول را با بی یدات (۳-۶) استاندارد نمائید.

۳-۶: بی یدات پتاسیم استاندارد، ۰/۰۰۲۱ مولار:

۸۱۲/۴ میلی گرم $\text{KH}(\text{IO}_3)_2$ را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱ لیتر برسانید. استاندارد کردن: تقریباً ۲ گرم KI فاقد یدات را در ارلن حاوی ۱۰۰ تا ۱۵۰ میلی لیتر حل کنید. ۱ میلی لیتر اسید سولفوریک ۶ نرمال یا چند قطره H_2SO_4 غلیظ و ۲۰ میلی لیتر محلول استاندارد بی یدات را به محلول اضافه کرده به حجم ۲۰۰ میلی لیتر برسانید وید آزاد شده را توسط تیوسولفات تیترا کنید. وقتی در جریان تیتراسیون رنگ زرد کم رنگی مشاهده شد، نشاسته را بیفزایید. در صورتی که محلولها دارای غلظت یکسانی باشند، ۲۰ میلی لیتر $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ۰/۰۲۵ مولار مورد نیاز خواهد بود. در غیر این صورت غلظت تیوسولفات را به ۰/۰۲۵ مولار تصحیح نمایید.

۳-۷: محلول فلورید پتاسیم: ۴۰ گرم فلورید پتاسیم ۲ آبه را در آب مقطر حل کرده به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴- روش انجام آزمون:

به نمونه ای که در بطری ۳۰۰-۲۵۰ میلی لیتری جمع آوری شده ۱ میلی لیتر محلول MnSO_4 و سپس ۱ میلی لیتر واکنشگر آزاید-یدید قلیایی اضافه کنید. در بطری را ببندید تا حبابهای هوا به داخل آن راه پیدا

نکنند. سپس با چند بار وارونه کردن بطری محتویات آنرا خوب بهم بزنید. وقتی که رسوب هیدروکسید منگنز به اندازه کافی ته نشین شد (تقریباً تا نصف حجم بطری) ۱ میلی لیتر اسیدسولفوریک غلیظ افزوده مجدداً بطری را وارونه کرده تا انحلال کامل شود. سپس با محلول تیوسولفات سدیم تا ایجاد رنگ زرد تیترا کنید. در این مرحله چند قطره محلول نشاسته اضافه کنید و تیتراسیون را تا اولین مرحله ناپدید شدن رنگ آبی ادامه دهید.

۵- محاسبات :

برای تیتراسیون ۲۰۰ میلی لیتر نمونه DO ۱ mg/l $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (۰/۰۲۵ M) ۱ ml می باشد.

۶- مراجع و مستندات مرتبط :

- Standard Methods For The Examination Of Water And Waste Water.2005.4500-O B