



AURORA
TRATTAMENTI CHIMICI

MANUALE DEI METODI DI ANALISI

Revisione: 05/12/2001

MANUALE DEI METODI DI ANALISI



Senza metodiche

ATTREZZATURA PER L'ANALISI

Manutenzione

Una costante manutenzione dell'attrezzatura e della strumentazione è indispensabile per lavorare correttamente.

I contenitori di reagenti devono essere reintegrati per tempo con reagenti preparati di fresco, rinnovate anche le soluzioni che hanno una scadenza particolarmente breve.

Mantenete pulita e ordinata la cassetta dei reagenti.

Sostituire i contenitori con chiusura difettosa e le valvole di burette che non tengono perfettamente.

L'elettrodo del pHmetro deve essere periodicamente controllato e rifornito con soluzione di KCl.

Esso va inoltre conservato con il proprio cappuccio montato e riempito con acqua potabile o soluzione di KCl.

Ogni due settimane è opportuno controllare la taratura con soluzioni tampone.

La cella del conduttimetro (con elettrodi in acciaio inossidabile) va conservata asciutta.

Mensilmente, verificarne la costante con la soluzione campione di KCl.

Gli spettrofotometri devono essere mantenuti in perfetto stato di pulizia nella parte ottica, rimuovendo ogni residuo di soluzione o polvere accumulatasi nell'alloggiamento della cella e sulle lenti.

Per la conservazione, la taratura e la manutenzione in genere della strumentazione, fate riferimento alle istruzioni specifiche del fabbricante.

Gli strumenti non devono essere riposti all'interno della cassetta dei reagenti, a meno che non siano dotati di casing stagno; viceversa potrebbero essere danneggiati dai vapori aggressivi di alcuni reagenti o da eventuali sversamenti.

E' più opportuno conservarli nelle loro custodie o in una valigia separata.

PRELIEVO DEI CAMPIONI

I campioni devono essere realmente rappresentativi della situazione in impianto e pertanto deve essere evitato il prelievo da punti morti di un circuito o in condizioni non di regime.

Ove occorra un controllo periodico, fate sempre installare una presa campione nel punto ideale, se questa è assente.

Per la raccolta del campione utilizzare sempre bottiglie di polietilene pulite e dotate di chiusura ermetica.

Eseguite il prelievo dopo un abbondante spurgo della presa campione (se questa viene tenuta solitamente chiusa); riempite completamente la bottiglia e chiudete il tappo in modo che non abbiano a rimanervi bolle d'aria all'interno.

Cicli termici

I campioni d'acqua di caldaia o di ciclo termico dovrebbero sempre essere convenientemente raffreddati prima del prelievo; se ciò non è possibile si devono prendere tutte le precauzioni per limitare le perdite per vaporizzazione ed evitare scottature. Raffreddare sempre i campioni a temperatura ambiente, tramite immersione in acqua fredda delle bottiglie ben tappate, prima di eseguire le analisi. La pratica di prelevare i campioni caldi in contenitori aperti, tipo caraffe o simili, è da evitare, perché così facendo si perdono i residui di deossigenante e di alcali volatili.

Torri evaporative

Il campione più rappresentativo è solitamente quello di ritorno dell'acqua da raffreddare alla torre. A volte conviene campionare l'acqua in uscita dall'utenza più critica (di solito la più calda).

Se il prelievo viene eseguito nella vasca, assicurarsi che non interferisca l'alimentazione del reintegro (specialmente sulle torri piccole).

Prelievi occasionali

Quando si debbono eseguire occasionalmente prelievi da un circuito o un impianto privo di adeguate prese campione, è possibile ottenere campioni significativi da punti di costante passaggio dell'acqua o del fluido da campionare:

- Trafilamenti abbondanti da baderne di pompe o valvole
- Spurghi di manometri
- Spurghi di filtri a cartuccia (spurgare abbondantemente fino all'uscita di acqua limpida)
- Altri punti simili; evitare, comunque, punti di accumulo o stasi del fluido come rami ciechi o serbatoi tampone.

ANALISI TIPO

La tabella seguente riporta un esempio delle analisi tipicamente eseguite come controllo nei trattamenti per cicli termici e per acque di raffreddamento (reintegro o ricircolato).

Si tratta solo di un esempio; le analisi indicate possono essere integrate con analisi specifiche per i principi attivi o per altri parametri richiesti dal tipo di applicazione.

Tabella delle analisi tipo

Parametro	Alimento caldaia	Acqua di caldaia	Condensato	Acqua di raffreddamento (torre o a perdere)
Durezza Totale	X	X	X	X
Durezza Calcica				X
Alcalinità P		X		
Alcalinità M		X		X
pH	X	X	X	X
Conducibilità	X	X	X	X
Deossigenante o solfiti		X	*	
Fosfati organici				X
Ferro	*	*	*	
Rame	*	*	*	
Cloruri	*	*		*
Silice	*	*		

X Analisi da eseguire sempre

* Analisi da includere facoltativamente secondo il caso

PROCEDURE ANALITICHE

Norme generali

L'adattamento al campo delle tecniche di laboratorio comporta necessariamente qualche sacrificio in termini di sensibilità e precisione dei metodi, che peraltro rimangono più che sufficienti per il tipo di controlli che il trattamento dell'acqua comporta.

Tuttavia, lavorando a regola d'arte, la riproducibilità dei risultati rimarrà elevata.

Per l'esecuzione delle analisi, utilizzate sempre vetreria perfettamente pulita e sgrassata; lavatela con acqua demineralizzata prima e dopo l'esecuzione di ogni analisi.

Le indicazioni riportate nelle metodiche vanno seguite scrupolosamente, senza modificare arbitrariamente le quantità o l'ordine di aggiunta dei reattivi o i tempi di reazione previsti.

Analisi volumetriche

Per la misura del campione nelle analisi volumetriche utilizzate cilindri graduati per quantità da 100 a 50 ml. Per quantità molto piccole, es. 10 ml, utilizzate una pipetta.

Utilizzando gli indicatori, non sempre sono riportate nelle metodiche le esatte quantità da impiegare; iniziate da piccole dosi fino a sviluppare un colore di intensità non eccessiva né troppo tenue. Un eccesso di indicatore dà comunque influenza negativa sull'esattezza del risultato.

Mantenete sempre in agitazione il campione per tutta la durata della titolazione; in prossimità del viraggio avrete un primo cambio di colore che verrà completamente recuperato interrompendo l'aggiunta di titolante.

A questo punto, eventualmente, prendete una lettura della buretta; continuate ad aggiungere gocce di titolante fino a raggiungere il punto di viraggio, al quale il colore rimarrà stabile.

Gli indicatori che virano in modo poco netto (es. metilarancio e muresside) richiedono un po' più esperienza: in questo caso concentratevi sul cambiamento di colore, piuttosto che sul colore finale stesso. E' meglio, con questi indicatori, non rallentare l'aggiunta di titolante, perché il viraggio, avvenendo più rapidamente, si apprezza con maggior facilità.

Analisi colorimetriche

Le reazioni colorimetriche si fanno solitamente avvenire entro recipienti tipo beute o becker.

Non è di norma necessaria una grande precisione del volume del campione, possono essere sfruttate le tacche presenti sul recipiente.

Nel caso sia necessario diluire il campione o sottoporlo a procedura complessa, utilizzare un cilindro graduato.

Lo spettrofotometro deve venire acceso qualche tempo prima del completamento della reazione, in modo da fornire letture stabili. Seguire in tal proposito, le istruzioni del fabbricante.

Il bianco per l'azzeramento previsto nelle metodiche è da intendersi per campioni limpidi e incolori.

Nel caso di campioni torbidi o colorati, in genere si azzerava contro il campione stesso, eventualmente trattato con l'aggiunta parziale dei reagenti (tutti i condizionanti ma non il cromogeno). Specifiche istruzioni sono riportate, in quest'ultimo caso, nelle procedure.

Quando possibile, conviene sempre eliminare la torbidità del campione a mezzo di filtrazione, su carta o su membrana.

Campioni fortemente colorati, possono essere trattati per filtrazione su carbone animale: mettete un cucchiaino di carbone animale all'interno di un filtro di carta rapida e fatevi percolare sopra il campione. Oppure trattate con un cucchiaino di carbone animale, all'ebollizione, il campione in una beuta o un becher, agitando e lasciando decantare; filtrate quindi su filtro rapido.

Analisi strumentali

Ricadono sotto questo insieme la determinazione del pH e della conducibilità, che non sono analiti, bensì proprietà del campione.

In genere si eseguono immergendo la sonda dello strumento direttamente nel contenitore del campione, preventivamente raffreddato, se necessario.

Le misure vanno, infatti, eseguite a temperatura ambiente.

Per ottenere misure stabili e riproducibili è necessaria una certa metodica, per questo sono riportate nei metodi analitici le rispettive procedure.

Per quanto riguarda l'utilizzo della strumentazione, fate riferimento alle istruzioni del fabbricante.