جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

2355

روش اندازه گیری یون کلسیم و منیزیم در آب

چاپ اول

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآورده‌ها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورایعالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از:

(تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی – انجام تحقیقات بمنظور تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارائی صنایع در جهت خودکفائی کشور - ترویج استانداردهای ملی – نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری – کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استاندارد اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای نامرغوب بمنظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری بمنظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهنمائی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان – مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترابری کالاهای مختلف – ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش – آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوط، اعلام مشخصات و اظهارنظر مقایسه ای و صدور گواهینامه های لازم).

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد میباشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده مینماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار میدهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران بنفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جوئی در وقت و هزینه‌ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتها میشود.

تهیه کننده

کمیسیون استاندارد روشهای آزمون آب آشامیدنی

رئیس

ایماندل - کرامت‌اله	دکتر در داروسازی ـ MPH کارشناس بهداشت محیط	استادیار دانشکده بهداشت دانشگاه تهران

اعضاء

حسینعلی - الهی	مهندس شیمی	مشاور فنی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
شکوهی - شکوه اعظم	دکترادرداروسازی ـ کارشناس آب	مدیرکل آزمایشگاههای سازمان آب

دبیر

مهپور - مجید	شیمیست	کارشناس مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مطالب

هدف
دامنه کاربرد
خلاصه روش
مواد شیمیائی مورد نیاز
نمونه‌برداری
روش کار
محاسبه بیان نتایج
دقت و صحت آزمون

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش اندازه‌گیری یون کلسیم و منیزیم در آب که بوسیله کمیسیون فنی روشهای آزمون آب آشامیدنی تهیه و تدوین شده و در کمیته نهائی مادر صنایع فوق

مورد تأئید قرار گرفته و در سی‌و سومین جلسه کمیته ملی صنایع شیمیائی مورخ 61/3/23 تصویب گردید . پس ار تأئید شورای عالی استاندارد و باستناد ماده یک (قانون مواد الحاقی بقانون تأسیس مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذر ماه 1349) بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد .

برای حفظ همگانی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی صنایع و علوم استانداردهای ایران در مواقع لزوم و یا در فواصل معین مورد تجدیدنظر قرار خواهند گرفت و هر گونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه واقع خواهد شد .

بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود .

در تهیه این استاندارد سعی بر آن بوده است که با توجه به نیازمندیهای خاص ایران حتی‌المقدور میان روشهای معمول در این کشور و استاندارد و روشهای متداول در کشورهای دیگر هماهنگی ایجاد شود .

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشهای لازم استاندارد حاضر با استفاده از منبع زیر تهیه گردید .

ASTM – Vol 31 - 1978

استاندارد روش اندازه‌گیری یون کلسیم و منیزیم در آب

1 ـ هدف

هدف از ارائه این روش چگونگی اندازه‌گیری یونهای کلسیم و منیزیم موجود در آب بروش وزنی می‌باشد در صورت لزوم این عمل پس از خارج کردن سیلیس , فسفاتها , آهن , آلومنیم و منگنز از محیط عمل انجام می‌شود .

2 ـ دامنه کاربرد

این روش برای اندازه‌گیری مقدار یونهای کلسیم و منیزیم موجود در هر آبی قابل اجراء می‌باشد .

3 ـ خلاصه روش

مقدار کلسیم پس از جدا کردن مواد مزاحم با دوباره رسوب دادن کلسیم به صورت اکسید کلسیم اندازه‌گیری می‌شود و سپس برای جدا کردن منیزیم محلول باقیمانده

را دوباره به صورت فسفات آمونیم منیزیم رسوب داده و پس از منیزیم از پیروفسفات حاصله جدا شده و توزین می‌گردد .

4 ـ مواد شیمیائی مورد نیاز

4 ـ 1 ـ خلوص مواد : در کلیه آزمونها باید از مواد شیمیائی با درجه خلوص برای تجزیه استفاده شود و هنگامی می‌توان از مواد شیمیائی با درجه خلوص دیگر استفاده کرد که در ابتدا محرز شود خلوص آن به اندازه کافی بالا است و ناخالص موجب کاهش در صحت اندازه‌گیری نمی‌شود .

4 ـ 2 ـ مواد شیمیائی

4 ـ 2 ـ 1 ـ محلول کلرور آمونیوم (20 گرم در لیتر :) 20 گرم کلرور آمونیم را در مقداری آب حل کرده و سپس حجم حاصل را با آب به یک لیتر برسانید .

4 ـ 2 ـ 2 ـ ئیدراکسیدآمونیم غلیظ با چگالی 0/90

4 ـ 2 ـ 3 ـ محلول ئیدراکسیدآمونیم (1+19:) یک حجم ئیدراکسیدآمونیم با چگالی 0/90 را با 19 حجم آب مخلوط کنید .

4 ـ 2 ـ 4 ـ محلول اکسالات آمونیم : محلول اشباع شده اکسالات آمونیم را در درجه حرارت آزمایشگاه تهیه کنید .

4 ـ 2 ـ 5 ـ پرسولفات آمونیم ($(NH4)_2S_2O_8$)

4 ـ 2 ـ 6 ـ کلرورفریک ($FeCl_3$)

4 ـ 2 ـ 7 ـ اسید کلرئیدریک غلیظ با چگالی 1/19

4 ـ 2 ـ 8 ـ محلول اسید کلرئیدریک (1+1:) یک حجم اسید کلرئیدریک با چگالی 1/19 را با یک حجم آب مخلوط کنید .

4 ـ 2 ـ 9 ـ محلول معرف متیل‌رد : مقدار 0/01 گرم متیل‌رد قابل حل در آب را در 100 میلی‌لیتر آب حل کنید .

4 ـ 2 ـ 1 ـ اسید نیتریک : اسید نیتریک غلیظ با چگالی 1/42

4 ـ 2 ـ 11 ـ محلول سدیم آمونیم ئیدروژن اورتوفسفات : محلولی اشباع شده در سدیم آمونیم ئیدروژن ورتوفسفات با درجه حرارت آزمایشگاه تهیه کنید .

5 ـ نمونه‌برداری

5 ـ 1 ـ نمونه‌برداری از آب باید طبق استاندارد شماره 2347 ایران انجام پذیرد .

6 ـ روش کار

6 ـ 1 ـ در صورت امکان حجمی از نمونه را که محتوی ده تا 100 میلی‌گرم کلسیم است بردارید .

6 ـ 2 ـ نمونه را با اسیدکلرئیدریک غلیظ (چگالی 1/19) اسیدی کرده سپس دو میلی‌لیتر اسید اضافی در آن بریزید و سپس محلول را تا خشک شدن تبخیر کنید .
یادآوری ـ در هنگام تبخیر کردن باید دیواره صاف را برای جلوگیری از ماندن سیلیس روی آن مرطوب کرد .
6 ـ 3 ـ دو میلی‌لیتر دیگر اسیدکلرئیدریک (1+1) به باقیمانده افزوده و حجم کل محلول را با آب بطور تقریب تا 7 میلی‌لیتر رقیق و سپس جوشانده و با کاغذ صافی صاف نمائید سیلیس درون صافی را حداقل دوبار با اسید کلرئیدریک (1+1) داغ و سه بار با آب داغ شستشو داده و محلول شستشو را به محلول صاف شده اضافه کنید .
6 ـ 4 ـ جدا کردن (یا برطرف کردن) فسفاتها , آهن , آمونیم . منگنز : در مواردیکه جدا کردن ویژه منگنز مورد نیاز نباشد از دستور کار مشروحه در بند 6 ـ 6 پیروی کنید و چنانچه نسبت منگنز به منیزیم موجود در آب بطور قابل ملاحظه‌ای بالا باشد و از خطای احتمالی مربوط به منگنز در اندازه‌گیری منیزیم باید جلوگیری شود در این صورت از دستور کار مشروحه در بند 6 ـ 7 استفاده کنید .
6 ـ 5 ـ جدا کردن فسفاتها ـ چنانچه در آزمونهای ابتدائی وجود فسفاتها معلوم شود باید به مقدار کافی کلرورفریک برای ایجاد رسوب قهوه‌ای ـ قرمز به مجموعه محلولهای شستشو و صاف شده طبق بند 6 ـ 3 اضافه کرده و سپس از دستور کار مشروحه در بند 6 ـ 6 و 6 ـ 7 پیروی کنید .
6 ـ 6 ـ روش حذف آهن و آلومینیم : محلول مخلوط (محلول زیر صافی و محلول شستشو) حاصل از بند 6 ـ 3 و یا 6 ـ 5 را تا نقطه جوش حرارت دهید و چند قطره اسید نیتریک به محلول اضافه و پس از سرد کردن چند قطره محلول شناساگر متیل‌رد افزوده و آنقدر محلول ئیدراکسید آمونیم (چگالی 0/90) به آن اضافه کنید تا رنگ آن به وضوح به زرد تبدیل شود . سپس به مدت دو دقیقه جوشانده و رسوب ئیدراکسید آهن و آلومینیم را صاف و حداقل سه بار با مقدار کافی آب داغ بشوئید .
6 ـ 7 ـ جدا کردن ویژه منگنز : آهن و آلومینیم به مجموع محلولهای صاف شده و شستشو طبق بند 6 ـ 3 و با 6 ـ 5 مقدار یک گرم پرسولفات آمونیم و سپس به مقدار کافی محلول ئیدراکسید آمونیم (1+19) تا آمونیاکی شدن اضافه کنید و محلول را حداقل 15 دقیقه بجوشانید و برای قلیائی نگهداشتن محلول متناوباً ئیدراکسید آمونیم بیافزائید و سپس محلول را به مدت 10 تا 15 دقیقه به حال خود بگذارید تا سرد شود . در پایان صاف کنید و حداقل دو بار با محلول ئیدراکسید آمونیم و سه بار با آب داغ بشوئید .

6 ـ 8 ـ رسوب‌گیری اکسالات کلسیم : به محلول صاف شده طبق بند 6 ـ 7 تقریباً 10 میلی‌لیتر ئیدراکسید آمونیم با چگالی 0/90 افزوده و تا نقطه جوش گرم کنید (دقت کنید نجوشد) در این هنگام قطره قطره محلول اشباع شده اکسالات آمونیم به مقدار زیادتر از لازم اضافه کنید و محلول را برای چند دقیقه در حرارت نقطه جوش و سپس حداقل دو ساعت قبل از صاف کردن در حرارت 80 تا 90 درجه سانتیگراد نگاهدارید رسوب اکسالات کلسیم را صاف کرده و حداقل سه بار با محلول ئیدراکسید آمونیم (1+19) شسته و محلولهای صاف شده و شستشو را برای تعیین منیزیم جمع‌آوری کنید .

6 ـ 9 ـ رسوب‌گیری مجدد اکسالات کلسیم : به کمک چند میلی‌لیتر اسید کلرئیدریک (1+1) رسوب روی صافی را در بشر اولیه حل کرده و کاغذ صافی را در آن بشوئید و عمل شستشوی کاغذ صافی را با حداقل سه بار شستن با آب داغ تکمیل کنید . چند قطره محلول شناساگر متیل‌رد افزوده و با اضافه کردن ئیدراکسید آمونیم (با چگالی 0/90) رنگ محلول را به زرد تغییر دهید . سپس محلول را تا نزدیک نقطه جوش گرم و عملیات رسوب‌گیری , صاف کردن و شستشوی اکسالات کلسیم را طبق بند 6 ـ 8 تکرار و در صورتیکه تعیین مقدار منیزیم نیز مورد نظر باشد محلول حاصل را به مجموع محلولهای بند 6 ـ 8 اضافه کنید .

6 ـ 1 ـ حرارت دادن رسوب کلسیم : رسوب و کاغذ صافی را در یک بوته پلاتینی تا رسیدن به وزن ثابت در درجه حرارت 1100 تا 1200 درجه سانتیگراد حرارت دهید .

یادآوری 1 ـ باید سعی کرد که از جذب اکسید گوگرد مربوط به شعله گاز که حاوی مقدار قابل توجهی گوگرد می‌باشد ضمن عمل حرارت دادن جلوگیری شود .

یادآوری 2 ـ بوته باید پس از حرارت دادن در یک دسیکاتور محتوی اسید سولفوریک غلیظ سرد شود .

یادآوری 3 ـ در هنگام توزین باید ماهیت جاذب‌الرطوبه بودن را در نظر داشت .

6 ـ 11 ـ رسوب گیری اورتو فسفات آمونیم منیزیم : محلولهای صاف شده و شستشوی مرحله 6 ـ 9 را با اسید کلرئیدریک (با چگالی 1/19) اسیدی کرده و به مقداری کافی محلول سدیم آمونیم ئیدروژن اورتوفسفات به آن بیافزائید و با آرامی تبخیر نمائید تا رسوب شروع به تبلور کند سپس به محلول داغ در حال بهم زدن قطره قطره ئیدراکسید آمونیم با چگالی 0/90 اضافه کرده و پس از ظاهر شدن خاصیت قلیائی در محلول تقریباً پنج میلی‌لیتر آمونیاک اضافی در آن بریزید . عمل هم زدن را چند دقیقه ادامه داده و پس از کامل شدن رسوب محلول را به مدت چهار

ساعت در درجه حرارت آزمایشگاه قرار دهید . رسوب را صاف کرده کاغذ صافی و رسوب روی آنرا ده بار با محلول ئیدراکسید آمونیم (1+19) بشوئید .

یادآوری ـ بجای اورتوفسفات ئیدرواکسید ئیدروژنه دی‌آمونیم می‌توان از آمونیم سدیم برای رسوب‌گیری استفاده کرد .

6 ـ 12 ـ رسوب‌گیری مجدد اورتوفسفات آمونیم منیزیم : رسوب را با آب سرد به بشر اولیه منتقل کرده و در اسید کلرئیدریک (1+1) حل کنید و محلول را پس از رسوب‌گیری صاف کرده و شستشوی اورتوفسفات آمونیم منیزیم را با افزودن یک تا دو میلی‌لیتر از محلول سدیم آمونیم ئیدرژن اورتوفسفات طبق بند 6 ـ 11 دوباره تکرار و در انتها رسوب را با محلول ئیدراکسید آمونیم (1+19) بشوئید . (به یادآوری صفحه قبل توجه توجه شود .)

6 ـ 13 ـ حرارت دادن رسوب منیزیم : کاغذ صافی حاوی رسوب را در یک بویه خشک با وزن معین قرار داده و بر روی شعله طوری بسوزانید که کاغذ صافی بدون شعله‌ور شدن زغال شود . سپس باقیمانده را تا رسیدن به وزن ثابت در کوره حرارت دهید .

یادآوری ـ چنانچه عمل حرارت دادن کاغذ صافی و رسوب در درجه حرارت پائین و به آرامی انجام نپذیرد (برای اینکه کربن آن بسوزد) در بعضی از موارد قسمتی از کربن به صورت غیرقابل اشتغال درآمده و دیگر نخواهد سوخت .

7 ـ محاسبه بیان نتایج

غلظت یون کلسیم و یون منیزیم برحسب قسمت در میلیون از روابط زیر بدست می‌آید .

کلسیم (برحسب PPM) = W_c * (714600/S)

منیزیم (برحسب PPM) = W_m * (218400/S)

که در آن :

W_c = وزن اکسید کلسیم به گرم

W_m = وزن پیروفسفات منیزیم به گرم

S = حجم آزمونه به میلی‌لیتر

8 ـ دقت و صحت آزمون

صحت آزمون در ابتدا توسط تجدید پذیری توزین ترازو و برابر 0/1 تا دو درصد وزن رسوب بر پایه تجدید پذیری توزین نسبت به وزن رسوب بدست آمده تعیین می‌گردد و هنگامیکه با رسوب‌گیری دوباره کلیه مواد مزاحم خارج شود , دقت و صحت آزمون معادل خواهند بود .

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

2355

Determination of calcimm - ion and magnesium ion in mater

1st Edition