جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

2356

روش آزمون سختی آب

چاپ سوم

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 - کرامت الله	دکترا در شیمی - کارشناس آب	استادیار دانشکده بهداشت دانشگاه تهران

اعضاء

الهی - حسینعلی	مهندس شیمی	مشاور موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
شکوهی شکوه - اعظم	دکتر داروسازی - کارشناس آب	مدیر آزمایشگاههای سازمان آب

دبیر

مهپور - مجید	شیمیست	کارشناس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مطالب

استاندارد روش آزمون سختی آب
هدف
دامنه کاربرد
تعاریف و اصطلاحات
مواد شیمیائی مورد نیاز
نمونه‌برداری

روشهای آزمون

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش آزمون سختی آب که بوسیله کمیسیون فنی روشهای آزمون آب آشامیدنی تهیه و تدوین شده و در کمیته نهائی مادر صنایع فوق مورد تائید قرار گرفته و در سی و سومین جلسه کمیته ملی صنایع شیمیائی مورخ 61/3/23 تصویب گردید . پس از تائید شورای عالی استاندارد و باستناد ماده یک (قانون مواد الحاقی بقانون تاسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذرماه 1349) بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد .

برای حفظ همگامی 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 آزمون سختی آب

1 ـ هدف

این استاندارد در بردارنده روشهائی برای اندازه‌گیری سختی آب به شرح زیر می‌باشد :

الف - روش وزنی

ب - روش حجمی (تیتراسیون)

2 ـ دامنه کاربرد

2 ـ 1 ـ روش الف - در مورد آبی که ترکیب آن ناشناخته است قابل اطمینان بوده ولی روش ساده‌تر (ب) در صورت وجود مواد مزاحم صحت کمتری دارد اما چنانچه مقدار این مواد از حد مشخصی تجاوز نکند صحت آن مشابه روش (الف) خواهد بود .

3 ـ تعاریف و اصطلاحات

3 ـ 1 ـ سختی : سختی یا صفت مشخصه آب است که نمایانگر مجموع یونهای کلسیم و منیزیم موجود در آب می‌باشد .

یادآوری - سایر کاتیونهای چند ظرفیتی نیز موجب ایجاد سختی در آب می‌شود ولی بندرت مقادیر آنها از حد ناچیز تجاوز می‌کند و استرانسیم در هر دو روش بالا (داوری و روزمره) معمولا همراه کلسیم تعیین و اندازه‌گیری می‌شود و اثرات تداخلی سایر کاتیونها مانند آلومینیوم , باریم , آهن , منگنز و روی را می‌توان با افزودن مواد جلوگیری کننده مناسب حذف کرد .

4 ـ مواد شیمیائی مورد نیاز

4 ـ 1 ـ خلوص مواد : در تمام آزمونها باید از مواد شیمیائی با درجه خلوص برای تجزیه استفاده شود و در صورتی می‌توان از مواد شیمیائی با درجه خلوص دیگر استفاده کرد که در ابتدا معلوم شود خلوص این مواد باندازه کافی بالا است و ناخالصی موجود موجب کاهش در صحت اندازه‌گیری نخواهد شد .

4 ـ 2 ـ آب مقطر : در کلیه آزمونها باید از آب مقطر برای مصرف در تجزیه شیمیائی آب (استاندارد شماره 1127 ایران) استفاده شود .

5 ـ نمونه‌برداری

تهیه نمونه باید طبق استاندارد شماره 2347 ایران انجام پذیرد .

6 ـ روشهای آزمون

6 ـ 1 ـ روش الف (روش اندازه‌گیری یونهای کلسیم و منیزیم بطریق وزنی)

6 ـ 1 ـ 1 ـ این روش برای اندازه‌گیری غلظت یونها کلسیم و منیزیم موجود در هر گونه آب قابل اجراء بوده و از محاسبه نتایج آن سختی کل حاصل می‌شود .

6 ـ 1 ـ 2 ـ اساس روش : برای تعیین یون کلسیم ابتدا آنرا رسوب داده بصورت اگزالات کلسیم در می‌آورند و سپس رسوب حاصله را با حرارت تبدیل به اکسید کلسیم کرده وزن می‌کنید و حرارت دادن رسوب در کوره و تبدیل به اکسید کلسیم بدست آمده و یون منیزیم نیز ابتدا بصورت اورتوفسفات آمونیوم منیزیم رسوب داده شده و پیروفسفات منیزیم حاصله پس از سوزاندن رسوب در کوره تعیین مقدار می‌گردد و سختی کل (سختی تام) از جمع مقدار کلسیم و منیزیم بدست آمده در آزمون تعیین خواهد شد .

6 ـ 1 ـ 3 ـ مواد شیمیائی مورد نیاز : به روش تعیین کلسیم و منیزیم موجود در آب (استاندارد شماره 2355 ایران) مراجعه شود .

6 ـ 1 ـ 4 ـ روش کار : طبق استاندارد روش اندازه‌گیری مقدار یون کلسیم و منیزیم در آب

6 ـ 1 ـ 5 ـ محاسبه : سختی تام آزمونه با در نظر گرفتن مقدار کلسیم و منیزیم موجود در آب از رابطه زیر محاسبه می‌شود :

$$\text{سختی تام به اکی والان درمیلیون} = \frac{A}{۲۰/۰٤} + \frac{B}{۱۲/۱٦} \quad (۱)$$

که درآن :

= A یون کلسیم موجود درآزمونه برحسب PPM

= B یون منیزیم موجود درآزمونه برحسب PPM

6 ـ 1 ـ 6 ـ دقت آزمون : سختی کلسیم و منیزیم با غلظت‌های کمتر از 0/5 اکی والان در میلیون را با دقت 0/01 اکی والان در میلیون و غلظت‌های بیشتر از 0/5 اکی والان در میلیون را با دقت 0/02 اکی والان در میلیون می‌توان تعیین کرد .

6 ـ 2 ـ روش ب (تیتراسیون)

6 ـ 2 ـ 1 ـ کاربرد این روش در مورد آب خام , آب تصفیه شده و آب دیگهای بخار می‌باشد و برای آبهائی که دارای مواد رنگی زیاد هستند مناسب نیست زیرا رنگ موجود در تغییر رنگ معرف تاثیر می‌گذارد و در این روش غلظت با دامنه تغییرات مابین صفر تا 24 اکی والان در ملیون قابل اندازه‌گیری بوده و همچنین می‌توان سختی مربوط به املاح کلسیم و منیزیم را بطور جداگانه تعیین کرد .

کلسیم و منیزیم بصورت کمپلکس مجزا شده و در خاتمه عمل رنگ معرف کروم بلاک در حضور یونهای کلسیم و منیزیم از قرمز به رنگ آبی تغییر می‌یابد .

6 ـ 2 ـ 2 ـ مواد مزاحم : چنانکه غلظت موادیکه در جدول شماره یک مشخص شده است در آب بیشتر از مقادیر داده شده نباشد این مواد در آزمون تداخل نخواهد کرد .

6 ـ 2 ـ 3 ـ مواد مورد نیاز :

الف - محلول (1+4) هیدرواکسید آمونیوم : یک حجم هیدرواکسید آمونیوم با چگالی 0/90 را با چهار حجم آب مخلوط کنید .

ب - محلول بافر : محلول بافر را طبق مراحل سه گانه زیر تهیه کنید .

1 ـ مقدار 40 گرم تترابورات سدیم ($Na_2B_4O_7$, $10H_2O$) را در 800 میلی لیتر آب حل نمائید .

2 ـ مقدار 10 گرم هیدرواکسید و 10 گرم سولفور سدیم و 10 گرم تارتارات سدیم پتاسیم ($KnaC_4H_4O_6$, $4H_2O$) را در 100 میلی لیتر آب حل کنید .

3 ـ دو محلول را پس از سرد شدن با یکدیگر مخلوط کرده مقدار یک گرم اتیلن دی آمین تترااستات منیزیم دی سدیم که دارای نسبت مل Mg به EDTA برابر (1+1) است بیافزائید و در صورت لزوم مازاد منیزیم را با محلول استاندارد ($1^{ml} = 1$ /. ^{ml} $CaCO_3$) بصورت کمپلکس درآورید . سپس حجم نهائی محلول را با آب به یک لیتر رسانیده و درب بطری را هنگامیکه از محلول استفاده نمی‌شود ببندید .

این محلول حداکثر برای مدت یک ماه قابل استفاده است .

ج - شناساگر کلسیم : مقدار 0/20 گرم پورپورات آمونیوم و 100 گرم نمک طعام را با یکدیگر مخلوط کرده و تا اندازه‌ای نرم کنید که از الک با چشمه 40 تا 50 عبور کند .

د - محلول شناساگر سختی : مقدار یک میلی لیتر از محلول 30 گرم در لیتر کربنات سدیم را به 30 میلی لیتر آب افزوده و یک گرم کروم بلاک T به مخلوط اضافه کرده و با افزودن محلول 30 گرم در لیتر کربنات سدیم PH محلول را برابر 10/5 تنظیم کنید .

محلول را تا حجم 100 میلی لیتر با ایزوپروپانول 99 درصد و یا اتانول 95 درصد رقیق نمائید . متانول نیز برای اینکار مناسب است .

برای جلوگیری از خراب شدن محلول در برابر نور و هوا آنرا در یک بطری تیره رنگ ریخته و درب آنرا محکم ببندید این محلول حداکثر بمدت یک ماه قابل نگاهداری و استفاده می‌باشد .

یادآوری - شناساگر را می‌توان بجای مایع بصورت گرد نیز تهیه , نگاهداری و مصرف کرد که در این صورت زمان نگاهداری آن حداکثر یکسال خواهد بود و از خرد کردن0/2 گرم کروم بلاک T همراه

با 80 گرم گرد نمک طعام تهیه شده و باید در درون یک بطری تیره رنگ نگهداری شود .

گرد شناساگر سختی مناسب را از مراکز تجارتی نیز می‌توان تهیه کرد .

ه - اسید کلریدریک (1+4:) یک حجم اسید کلریدریک غلیظ با چگالی 1/19 را با چهار حجم آب مخلوط کنید .

و - محلول کربنات سدیم (30 گرم در لیتر :) 30 گرم کربنات سدیم را در مقداری آب حل کرده و حجم آنرا به یک لیتر برسانید .

ز - محلول استاندارد اتیلن دی آمین تترااستات سدیم ($1^{ml} = 1$ $CaCO_3$ ^{ml} ./) چهار گرم اتیلن دی آمین تترااستات دی سدیم دی هیدرات را در 800 میلی لیتر آب حل نمائید و با محلول 50 گرم در لیتر هیدرواکسید سدیم PH آنرا برابر 10/5 تنظیم کرد . قدرت این محلول در برابر محلول کلرور کلسیم ($1^{ml} = 0$ /2 $CaCO_3$ ^{ml}) طوری باید باشد که یک میلی لیتر از محلول استاندارد معادل یک میلی گرم کربنات کلسیم باشد .

محلول استاندارد شده را در بطری‌هائی که ترجیحا از جنس پلی اتیلن , پلاستیک و یا لاستیک سخت باشد نگاهداری کرده و ماهی یکبار کنترل کنید و در صورتیکه در بطری شیشه‌ای نگاهداری شود حداقل هفته‌ای یکبار باید استاندارد کرد .

یادآوری : محلول کلرور کلسیم بطریقه زیر تهیه می‌شود : 0/20 گرم کربنات کلسیم را در اسید کلرئیدریک (1+4) حل کرده سپس بارامی اسید کلرئیدریک بان اضافه نمائید و برای جلوگیری از پاشیدن محلول درب آنرا با یک شیشه ساعت بپوشانید و پس از این که تمام کربنات کلسیم حل گردید محلول را تا حد خشک شدن تبخیر کرده و پنج میلی لیتر آب افزوده و دوباره تا حد خشکی حرارت دهید . افزودن آب و تبخیر آنرا آنقدر تکرار کنید تا اسید آزاد خارج شود . باقیمانده را در آب حل کرده و در بالن ژوژه یک لیتری با آب به حجم لازم برسانید .

ح - محلول هیدرواکسید سدیم (50 گرم در لیتر :) مقدار 50 گرم هیدرواکسید سدیم را در مقداری آب حل کرده و تا یک لیتر رقیق کنید .

6 ـ 2 ـ 4 ـ روش کار

الف - سختی تام : مقدار 50 میلی لیتر از نمونه را بداخل بشقاب و یا ظرف چینی سفید منتقل کنید و در صورت لزوم PH آنرا با اضافه کردن اسید کلرئیدریک و یا هیدرواکسید آمونیوم به 7 تا 10 برسانید 0/5 میلی لیتر محلول بافر افزوده بهم بزنید دو یا سه قطره شناساگر سختی اضافه کرده مخلوط کنید . محلول استاندارد اتیلن دی آمین تترااستات سدیم را بکمک یک بورت به محلول در حالیکه بهم زده می‌شود اضافه کرده خاتمه عمل با تغییر رنگ قرمز به آبی مشخص می‌گردد دو عمل عیارسنجی باید در فاصله زمانی پنج دقیقه پس از ریختن محلول بافر انجام پذیرد و در صورتیکه بیشتر از 20 میلی لیتر محلول تیتراسیون مصرف شد باید آزمون با رقیق‌تر کردن آزمونه دوباره تکرار گردد .

یادآوری - در صورتیکه از پودر شناساگر استفاده می‌شود باید مقدار کافی برای ایجاد رنگ اضافه شود (تقریبا 0/2 گرم .)

ب - سختی کل ناچیز : تعیین ارزش سختی کل که دامنه تغییرات آن مابین صفر تا 0/1 میلی اکی والان در ملیون باشد طبق مندرجات بند (الف) روش کار انجام می‌شود ولی حجم آزمونه باید 100 میلی لیتر انتخاب شده و از میکروبورت استفاده گردد و با حجم نمونه 100 میلی لیتر باید دو برابر مواد بیان شده در بند (الف) را بکار برد . سختی کلسیم : مقدار 50 میلی لیتر از نمونه را پس از اندازه‌گیری وارد بشقاب و یا ظرف تبخیر چینی سفید نموده و دو میلی لیتر محلول هیدرواکسید سدیم بر روی آن ریخته و بهم بزنید , سپس مقدار تقریبی 0/2 گرم شناساگر کلسیم اضافه کرده مخلوط نمائید .

محلول را در حال هم زدن با محلول استاندارد اتیلن دی آمین تترااستات سدیم

توسط بورت تا آنجا عیارسنجی کنید که رنگ آن از صورتی عنابی به ارغوانی تبدیل شود . عمل عیارسنجی باید ظرف پنج دقیقه پس از افزودن محلول بافر انجام پذیرد و در صورتی که بیشتر از 15 میلی لیتر محلول تیتراسیون مصرف شد , برای جلوگیری از رسوب کلسیم باید آزمونه را رقیق کرده و آزمون را دوباره تکرار کرد .

6 ـ 2 ـ 5 ـ محاسبه : سختی نمونه بروش زیر محاسبه می‌شود .

سختی تام = $\frac{20C}{S}$ (epM)

که در آن : C = حجم محلول استاندارد EDTA مصرفی به میلی‌لیتر

S = حجم آزمونه به میلی‌لیتر

سختی کلسیم = $\frac{20D}{S}$ (epM)

که در آن : D = حجم محلول استاندارد EDTA به میلی‌لیتر

S = حجم آزمونه به میلی‌لیتر

سختی منیزیم = E-F (epM)

که در آن : E = سختی تام برحسب (epM)

F = سختی کلسیم برحسب (epM)

۶ـ۲ـ۶ـ دقت آزمون :

الف ـ دقت آزمون برای سختی تام با روابط زیر بیان میشود :

$St = (1/10 + 1/1)\ v$

$S_o = (0/25 + 0/3)\ v$

که در آن :

St = حد دقت کلی

S_o = حد دقت آزمون کننده

X = غلظت سختی تام برحسب اکی والان در ملیون

V = حجم آزمونه به میلی لیتر

ب - دقت آزمون برای سختی کلسیم نیز بطریق زیر بیان می‌شود :

$$S_t = (1/15x + 0/7)\ V$$
$$S_o = (0/05\ x + 0/04)V$$

که در آن :

S_t = حد دقت کلی

S_o = حد دقت آزمون کننده

X = غلظت سختی تام برحسب اکی والان در ملیون

V = حجم آزمونه به میلی لیتر

1- برای تبدیل سختی ازاکیوالانتدر ملیون به قسمت درملیون برحسب $CaCO_3$ مقدار اکی والان در 50ضرب میشود .

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

2356

Determination of water hardness

3rd Edition