

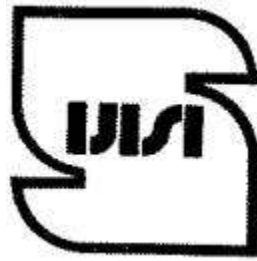


جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مشماره 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 شورایی عالی 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 کارایی 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 راهنمایی 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 قیمتتها میشود.

تهیه کننده

کمیسیون استاندارد روشهای آزمون آب آشامیدنی

استادیار دانشکده بهداشت دانشگاه تهران

دکتر در داروسازی - MPH کارشناس
بهداشت محیط

ایماندل -
کرامت‌اله

اعضاء

مشاور فنی مؤسسه استاندارد و تحقیقات
صنعتی ایران

مهندس شیمی
حسینعلی - الهی

مدیرکل آزمایشگاههای سازمان آب

دکترادر داروسازی - کارشناس آب
شکوهی - شکوه
اعظم

دبیر

کارشناس مؤسسه استاندارد و تحقیقات
صنعتی ایران

شیمیست
مهپور - مجید

فهرست مطالب

هدف

دامنه کاربرد

خلاصه روش

مواد شیمیائی مورد نیاز

نمونه برداری

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 تأیید قرار گرفته و در سی و سومین جلسه کمیته ملی صنایع شیمیائی مورخ 61/3/23 تصویب گردید . پس از تأیید 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 می گردد .

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 حتی المقدور 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 اندازه گیری یون کلسیم و منیزیم در آب

1 – هدف

هدف از ارائه این روش چگونگی اندازه گیری یونهای کلسیم و منیزیم موجود در آب بروش وزنی می باشد در صورت لزوم این عمل پس از خارج کردن سیلیس ، فسفاتها ، آهن ، آلومینیم و منگنز از محیط عمل انجام می شود .

2 – دامنه کاربرد

این روش برای اندازه گیری مقدار یونهای کلسیم و منیزیم موجود در هر آبی قابل اجراء می باشد .

3 – خلاصه روش

مقدار کلسیم پس از جدا کردن مواد مزاحم با دوباره رسوب دادن کلسیم به صورت اکسید کلسیم اندازه گیری می شود 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 می گردد .

4 - مواد شیمیائی مورد نیاز

4 - 1 - خلوص مواد : در کلیه آزمونها باید از مواد شیمیائی با درجه خلوص برای تجزیه استفاده شود و هنگامی می توان 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 اندازه گیری نمی شود .

4 - 2 - مواد شیمیائی

4 - 2 - 1 - 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 - 2 - 2 - ئیدراکسید آمونیم غلیظ با چگالی 0/90

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

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

4 - 2 - 5 - پرسولفات آمونیم $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$

4 - 2 - 6 - کلرورفریک (FeCl_3)

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

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

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

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

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

5 - نمونه برداری

5 - 1 - نمونه برداری از آب باید طبق استاندارد شماره 2347 ایران انجام پذیرد .

6 - روش کار

6 - 1 - در صورت امکان حجمی از نمونه را که محتوی ده تا 100 میلی گرم کلسیم است بردارید .

6 - 2 - نمونه را با اسید کلرئیدریک غلیظ (چگالی 1/19) اسیدی کرده سپس دو میلی لیتر اسید اضافی در آن بریزید و سپس محلول را تا خشک شدن تبخیر کنید . یادآوری - در هنگام تبخیر کردن باید دیواره صاف را برای جلوگیری از ماندن سیلیس روی آن مرطوب کرد .

6 - 3 - دو میلی لیتر دیگر اسید کلرئیدریک (1+1) به باقیمانده افزوده و حجم کل محلول را با آب بطور تقریب تا 7 میلی لیتر 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 - 4 - 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 - 6 پیروی کنید و چنانچه نسبت منگنز به منیزیم موجود در آب بطور قابل ملاحظه ای بالا باشد و از خطای احتمالی مربوط به منگنز در اندازه گیری منیزیم باید جلوگیری شود در این صورت از دستور کار مشروحه در بند 6 - 7 استفاده کنید .

6 - 5 - جدا کردن فسفاتها - چنانچه در آزمونهای ابتدائی وجود فسفاتها معلوم شود باید به مقدار کافی کلروفریک برای ایجاد رسوب قهوه ای - قرمز به مجموعه محلولهای شستشو و صاف شده طبق بند 6 - 3 اضافه کرده و سپس از دستور کار مشروحه در بند 6 - 6 و 6 - 7 پیروی کنید .

6 - 6 - روش حذف آهن و آلومینیم : محلول مخلوط (محلول زیر صافی و محلول شستشو) حاصل از بند 6 - 3 و یا 6 - 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 - 7 - جدا کردن ویژه منگنز : آهن و آلومینیم به مجموع محلولهای صاف شده و شستشو طبق بند 6 - 3 و با 6 - 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 - 8 - رسوب‌گیری اکسالات کلسیم : به محلول صاف شده طبق بند 6 - 7 تقریباً 10 میلی لیتر 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 - 9 - رسوب‌گیری مجدد اکسالات کلسیم : به کمک چند میلی لیتر 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 - 8 تکرار و در صورتیکه تعیین مقدار منیزیم نیز مورد نظر باشد محلول حاصل را به مجموع محلولهای بند 6 - 8 اضافه کنید .

6 - 1 - 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 - 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 - بوته باید پس از حرارت دادن در یک دسیکاتور محتوی اسید سولفوریک غلیظ سرد شود .

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

6 - 11 - رسوب‌گیری اورتو فسفات آمونیم منیزیم : محلولهای صاف شده و شستشوی مرحله 6 - 9 را با اسید کلرئیدریک (با چگالی 1/19) اسیدی کرده و به مقداری کافی محلول سدیم آمونیم ئیدروژن اورتو فسفات 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 میلی لیتر 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 نیدراکسید آمونیم (1+19) بشوئید . یادآوری - بجای اورتوفسفات نیدرواکسید نیدروژنه دی آمونیم می توان از آمونیم سدیم برای رسوب گیری استفاده کرد .

6 - 12 - رسوب گیری 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 رسوب گیری صاف کرده و شستشوی اورتوفسفات آمونیم منیزیم را با افزودن یک تا دو میلی لیتر از محلول سدیم آمونیم نیدرژن اورتوفسفات طبق بند 6 - 11 دوباره تکرار و در انتها رسوب را با محلول نیدراکسید آمونیم (1+19) بشوئید . (به یادآوری صفحه قبل توجه توجه شود .)

6 - 13 - 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 شعله ور شدن زغال شود . سپس باقیمانده را تا رسیدن به وزن ثابت در کوره حرارت دهید .

یادآوری - 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 غیر قابل اشتغال درآمده و دیگر نخواهد سوخت .

7 - محاسبه بیان نتایج

غلظت یون کلسیم و یون منیزیم بر حسب قسمت در میلیون از روابط زیر بدست می آید .

$$W_c = (714600/S) * \text{کلسیم (بر حسب PPM)}$$

$$W_m = (218400/S) * \text{منیزیم (بر حسب PPM)}$$

که در آن :

$$W_c = \text{وزن اکسید کلسیم به گرم}$$

$$W_m = \text{وزن پیروفسفات منیزیم به گرم}$$

$$S = \text{حجم نمونه به میلی لیتر}$$

8 - 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 می گردد و هنگامیکه با رسوب گیری 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 calcium - ion and magnesium ion in mater

1st Edition