

سازمان حفاظت محیط زیست ایران

بخش شیمی آزمایشگاه مرجع

دستورالعمل آزمایش تعیین سختی کل به  
روش حجم سنجی با استفاده از EDTA

**Determination of Total Hardness  
(EDTA Titrimetric Method)**

تهیه کنندگان :

زهرا ملک سیاه چشم

لاله طالبی

سمیه دانش منفرد

مریم خدادادیان

نسخه :

۱۳۸۸ - ۰۰

**۱- کلیات :**

مجموع غلظت کلسیم و منیزیم براساس کربنات کلسیم تحت عنوان سختی کل بر حسب میلی گرم در لیتر کربنات کلسیم تعریف می شود. EDTA و نمک سدیم آن در محلول حاوی یونهای فلزی ضمن ترکیب با آنها تشکیل کمپلکس محلول می دهد و چنانچه در  $pH=10\pm 0.1$  شناساگر مناسب اضافه شود، طی تیتراسیون محلول رنگی، EDTA با کلسیم و منیزیم تشکیل کمپلکس داده و محلول در نقطه پایان تیتراسیون تغییر رنگ می دهد.

**۲- تجهیزات :**

۱-۲: ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری

۲-۲: بورت ۲۵ یا ۵۰ میلی لیتری

۳-۲: بشر

۴-۲: همزن

۵-۲: پیت جابدار

۶-۲: بالن حجمی

**۳- مواد مصرفی :**

۱-۳: محلول بافر :

۱-۳-۱: ۱۶/۹ گرم کلرید آمونیوم را در ۱۴۳ میلی لیتر هیدروکسید آمونیوم غلیظ حل کنید. ۱/۲۵ گرم نمک منیزیم EDTA به آن اضافه کرده و با آب مقطر به حجم ۲۵۰ میلی لیتر برسانید.

۳-۱-۲: اگر نمک منیزیم EDTA در دسترس نیست ۱/۱۷۹ گرم نمک دی سدیم اتیلن دی آمین تترا استیک اسید دو آبه با درصد خلوص بالا و ۷۸۰ میلی گرم سولفات منیزیم ۷ آبه یا ۶۴۴ میلی گرم کلرید منیزیم ۶ آبه در ۵۰ میلی لیتر آب مقطر حل کنید. سپس این محلول را به ۱۶/۹ گرم کلرید آمونیوم و ۱۴۳ میلی لیتر هیدروکسید آمونیوم غلیظ حل کنید و با آب مقطر به حجم ۲۵۰ میلی لیتر برسانید. (این محلول در ظرف شیشه ای بوروسیلیکات یا ظرف پلاستیکی تا یک ماه قابل نگهداری است).

۳-۲: شناساگر اریوکروم سیاه T :

۰/۵ گرم از نمک سدیم ۱- (۱- هیدروکسی -۲- نفتیل آزو) -۵- نیترو -۲- نفتول -۴- سولفونیک اسید را در ۱۰۰ گرم ۲،۲'،۲'' نیتریلو تری اتانول یا ۲- متوکسی متانول حل کنید. برای تیتراسیون به هر ۵۰

میلی لیتر نمونه ۳ قطره اضافه کنید. حجم را در صورت ضرورت تنظیم کنید. همچنین میتوان به شکل پودر نیز از این شناساگراستفاده کرد.

۳-۳- محلول EDTA ۰/۰۱ مولار:

۳/۷۲۳ گرم دی سدیم اتیلن دی آمین تتراستات دو آبه را در آب مقطر حل کنید و به حجم ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید. سپس با محلول کلسیم استاندارد کنید (ترجیحاً این محلول را در بطری پلی اتیلنی یا شیشه بوریسیلیکات نگهداری کنید).

۳-۴: محلول استاندارد کلسیم:

۱ گرم پودر کربنات کلسیم بدون آب را وزن کرده در ارلن مایر ۵۰۰ میلی لیتری بریزید. بتدریج محلول اسید کلریدریک یک به یک به آن اضافه کرده تا کاملاً حل شود. ۲۰۰ میلی لیتر آب مقطر به آن افزوده به منظور خارج شدن CO<sub>2</sub> چند دقیقه بجوشانید. محلول را سرد کرده چند قطره شناساگر قرمز متیل به آن افزوده با هیدروکسید آمونیوم ۳ نرمال یا اسید کلریدریک یک به یک به رنگ نارنجی متوسطی را تنظیم کنید. سپس با انتقال نمونه به یک بالن ژوژه حجم را با آب مقطر به ۱۰۰۰ میلی لیتر برسانید.

(1ml=1 mg CaCO<sub>3</sub>)

۳-۵: هیدروکسید سدیم ۰/۱ نرمال

#### ۴- روش انجام آزمون:

حجمی از نمونه را انتخاب و تیتراسیون را ظرف ۵ دقیقه انجام دهید. زمان را از هنگام افزودن بافر حساب کنید. ۱ تا ۲ میلی لیتر محلول بافر را با پیپت جابدار به نمونه بیفزائید (معمولاً ۱ میلی لیتر برای ایجاد PH حدود ۱۰ کافی است). ۱ تا ۲ قطره محلول شناساگر یا مقدار مناسبی از پودر خشک آن را اضافه کنید. محلول EDTA را در حال همزدن، به آهستگی به نمونه بیفزائید تا آخرین آثار رنگ قرمز از بین برود. چند قطره آخر را در فاصله زمانی ۳ تا ۵ ثانیه اضافه کنید. در نقطه پایانی محلول آبی رنگ می شود. در محلولهای با سختی کم حجم نمونه بیشتری (۱۰۰ تا ۱۰۰۰ میلی لیتر) بردارید. نمونه شاهد را با استفاده از آب مقطر دو بار تقطیریکار برده و مقدار حجم مصرفی EDTA برای شاهد را از نمونه کم کنید.

#### ۵- محاسبات:

$$\text{mg/l CaCO}_3 = A \times B \times 1000$$

حجم نمونه (میلی لیتر)

A = حجم تیتراکننده EDTA به کار رفته برای نمونه (میلی لیتر)

B = وزن CaCO<sub>3</sub> معادل با ۱ میلی لیتر محلول EDTA (میلی گرم)

۶- مراجع و مستندات مرتبط :

- Standard Methods For The Examination Of Water And Waste  
Water.2005.2340 C

سازمان حفاظت محیط زیست