

**ГОСТ 30465—97
(МЭК 734—93)**

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

**ВОДА ЖЕСТКАЯ,
ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ
БЫТОВЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ**

Общие технические требования

Издание официальное

Б3 3—98/503

**МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ
ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
Минск**

Предисловие

1 РАЗРАБОТАН Межгосударственным техническим комитетом по стандартизации МТК 19, Техническим комитетом Украины ТК 13 «Стандартизация бытовых машин и приборов»

ВНЕСЕН Государственным комитетом Украины по стандартизации, метрологии и сертификации

2 ПРИНЯТ Межгосударственным Советом по стандартизации, метрологии и сертификации (протокол № 11 от 23 апреля 1997 г.)

За принятие проголосовали:

Наименование государства	Наименование национального органа по стандартизации
Азербайджанская Республика	Азгосстандарт
Республика Армения	Армгосстандарт
Республика Беларусь	Госстандарт Беларуси
Республика Казахстан	Госстандарт Республики Казахстан
Киргизская Республика	Киргизстандарт
Республика Молдова	Молдовастандарт
Российская Федерация	Госстандарт России
Республика Таджикистан	Таджикгосстандарт
Туркменистан	Главная государственная инспекция Туркменистана
Республика Узбекистан	Узгосстандарт
Украина	Госстандарт Украины

3 Настоящий стандарт представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта МЭК 734—93 «Жесткая вода, используемая при определении рабочих характеристик некоторых бытовых электрических приборов», кроме раздела 2; приложение Б настоящего стандарта соответствует международному стандарту ИСО 6059—84 «Качество воды. Определение суммарного содержания кальция и магния комплексонометрическим методом», за исключением разделов Б.2, Б.5 и Б.6

4 Постановлением Государственного комитета Российской Федерации по стандартизации и метрологии от 22 октября 1999 г. № 418-ст межгосударственный стандарт ГОСТ 30465—97 (МЭК 734—93) введен в действие непосредственно в качестве государственного стандарта Российской Федерации с 1 июля 2000 г.

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

© ИПК Издательство стандартов, 2000

Настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания на территории Российской Федерации без разрешения Госстандarta России

Б.6.2.2 Титрование дополнительной исследуемой порции проводят следующим образом.

Отбирают 50,0 см³ исследуемого раствора в колбу, добавляют объем раствора ЭДТА, который на 0,5 см³ меньше, чем объем, израсходованный во время первого титрования (Б.6.2.1). Добавляют 4 см³ буферного раствора и 3 капли индикатора — потравы черной II. Добавляют по капле ЭДТА, пока не наступит конечная точка титрования.

Б.6.2.3 Если расход раствора ЭДТА меньше, чем 4,5 см³, следует протитровать большую порцию пробы, увеличивая пропорционально объем буферного раствора.

Если расход ЭДТА превышает 20 см³, то следует протитровать меньшую порцию пробы, добавляя воду так, чтобы начальный объем составлял 50 см³.

Б.7 Выражение результатов

Сумму содержания кальция и магния $c_{\text{Ca} + \text{Mg}}$, ммоль/дм³, вычисляют по формуле

$$c_{\text{Ca} + \text{Mg}} = \frac{c_1 \cdot V_3}{V_0}, \quad (\text{Б.2})$$

где c_1 — концентрация раствора ЭДТА, ммоль/дм³;

V_3 — объем ЭДТА, израсходованный на титрование (Б.6.2.2), см³;

V_0 — объем исследуемой порции (обычно 50 см³), см³.

Если используют разбавленную исследуемую порцию, то соответственно изменяют вычисление, используя фактор разбавления F .

При вычислении жесткости нужно пользоваться приложением В.

Б.8 Точность

Точность определения составляет $\pm 0,04$ ммоль/дм³, что соответствует примерно двум каплям раствора ЭДТА.

Б.9 Мешающие факторы

ВНИМАНИЕ. Цианистый натрий — яд! Следует предпринимать соответствующие меры предосторожности при обработке и удалении реактивов. Растворы, содержащие цианистый натрий, нельзя подкислять.

Ионы металлов алюминия, бария, железа, марганца, олова и цинка мешают определению или потому, что они титруются как кальций или магний, или потому, что они влияют на изменение цвета в конечной точке титрования. Ионы ортофосфатов и карбонатов могут осаждать кальций при pH титрования. Некоторые органические вещества могут мешать при определении.

Влияние ионов железа при концентрации 10 мг/дм³ или меньше может быть устранено добавлением 250 мг цианистого натрия в исследуемую порцию. Цианид также уменьшает влияние меди и кобальта. Необходимо проверить, чтобы раствор подщелачивался перед добавлением ционида натрия.

ПРИЛОЖЕНИЕ В (справочное)

Данные о жесткости воды

Жесткость воды — это старое понятие, которое использовалось для характеристики содержания кальция и магния в воде. Существуют различные виды жесткости (общая жесткость, карбонатная жесткость и др.). В различных странах существуют различные определения этого понятия. Некоторые определения приведены в В.1 в качестве примеров.

В.1 Определения

Общая жесткость: Общая концентрация кальция и магния.

Карбонатная жесткость: Часть общей жесткости, эквивалентная содержанию карбоната и гидрокарбоната в воде.

В.2 Единицы жесткости

В.2.1 Градус жесткости, принятый в ФРГ

Градус жесткости, принятый в ФРГ, (°ДХ) определяется как жесткость, вызванная содержанием 10 мг/дм³ оксида кальция, или как концентрация вещества, равная 0,178 ммоль/дм³.

Примечание — Градусы жесткости, принятые в ФРГ, больше не используют.

В.2.2 Градус жесткости, принятый в Великобритании, (°Кларка) — это жесткость, вызванная содержанием 1 г на империал галона карбоната кальция, т. е. 14,3 мг/дм³, или как концентрация вещества 0,143 ммоль/дм³.

В.2.3 Градус жесткости, принятый по Франции

Градус жесткости, принятый по Франции, — это жесткость, вызванная содержанием 10 мг/дм³ карбоната кальция или концентрацией вещества 0,1 ммоль/дм³.

В.2.4 Градус жесткости, принятый в США

В США жесткость выражается в частях на миллион (ррт) карбоната кальция или в миллиграммах карбоната кальция в дм³.

1 мг/дм³ карбоната кальция соответствует концентрации вещества, равной 0,01 ммоль/дм³.

В.3 Таблица перевода

Для перевода значений жесткости, используемых в разных странах, нужно пользоваться таблицей В.1, приведенной ниже.

Таблица В.1 — Перевод значений жесткости

	ммоль/дм ³	ФРГ, "ДХ"	Великобритания, "Кларка"	Франция, "Ф"	США, ррт
ммоль/дм ³	1,000	5,610	7,02	10,00	100,0
ФРГ, "ДХ"	0,178	1,000	1,25	1,78	17,8
Великобритания, "Кларка"	0,143	0,800	1,00	1,43	14,3
Франция, "Ф"	0,110	0,560	0,70	1,00	10,0
США, ррт	0,010	0,056	0,07	0,10	1,0

УДК 643.3 : 006.354

МКС 13.060.40

Г32

ОКП 01 3100

Ключевые слова: стандарт, жесткая вода, жесткость воды, стандартная жесткая вода, общая жесткость, деминерализация

Редактор *Л.И. Нахимова*
 Технический редактор *В.Н. Прусакова*
 Корректор *В.Е. Несторова*
 Компьютерная верстка *В.И. Грищенко*

Изд. лиц. № 021007 от 10.08.95. Сдано в набор 15.02.2000. Подписано в печать 17.03.2000. Усл. печ. л. 1,40.
 Уч.-изд. л. 1,10. Тираж 268 экз. С 4717. Зак. 236.

ИПК Издательство стандартов, 107076, Москва, Колодезный пер., 14.

Набрано в Издательстве на ПЭВМ

Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. "Московский печатник", 103062, Москва, Лялин пер., 6.
 Парт № 080102

Содержание

1 Область применения	1
2 Нормативные ссылки	1
3 Характеристики (свойства)	1
3.1 Требования назначения	1
3.2 Единицы измерения	1
3.3 Стандартные значения жесткости воды	1
3.4 Состав стандартной жесткой воды	2
4 Приготовление стандартной искусственной жесткой воды	3
4.1 Деминерализация	3
4.2 Повышение жесткости воды. Метод А	3
4.3 Повышение жесткости воды (способ смешивания солей). Метод Б	3
5 Хранение стандартной жесткой воды	4
6 Влияние нагревания стандартной жесткой воды	4
7 Проверка	4
Приложение А Жесткость воды. Перевод единиц	5
Приложение Б Качество воды. Определение суммарного содержания кальция и магния комплексонометрическим методом (ИСО 6059—84)	5
Приложение В Данные о жесткости воды	7

Введение

Настоящий стандарт разработан на основе международного стандарта МЭК 734 (второе издание, 1993 г.) «Жесткая вода, используемая при определении рабочих характеристик некоторых бытовых электрических приборов», который заменяет первое издание этого стандарта, опубликованное в 1982 г.

Если необходима полная сопоставимость результатов испытаний, проводимых в различных испытательных лабораториях, то при проведении испытаний следует пользоваться стандартной жесткой водой.

Применение стандартной жесткой воды не является необходимым при проведении:

- обычных испытаний в пределах одной испытательной лаборатории, когда проводится сравнение результатов испытаний, полученных при использовании одного и того же источника воды;
- сравнительных испытаний в различных испытательных лабораториях с использованием стандартной эталонной машины, если может быть установлено, что для заданного диапазона степеней жесткости воды получается достаточная сопоставимость результатов испытаний;
- сравнительных испытаний в различных испытательных лабораториях со встроенным смягчителем воды с ионным обменом, как, например, в некоторых посудомоечных машинах, и если может быть установлено, что для заданного диапазона степеней жесткости воды получается достаточная сопоставимость результатов испытаний.

Эти соображения необходимо учитывать при выборе емкости для приготовления стандартной жесткой воды. В настоящем стандарте наименование раздела 2 «Основные положения» международного стандарта МЭК 734 заменено на «Характеристики (свойства)».

В международном стандарте МЭК 734 имеется ссылка на международный стандарт ИСО 6059—84, который не введен в странах СНГ. В приложении Б приведен полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 6059—84, кроме разделов Б.2, Б.5 и Б.6.

**ВОДА ЖЕСТКАЯ, ИСПОЛЬЗУЕМАЯ ДЛЯ ИСПЫТАНИЯ
БЫТОВЫХ ЭЛЕКТРИЧЕСКИХ ПРИБОРОВ**

Общие технические требования

Hard water to be used for testing the performance of some household electrical appliances.
General technical requirements

Дата введения 2000—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт распространяется на жесткую воду, используемую при определении рабочих характеристик некоторых бытовых электрических приборов, таких как стиральные машины, утюги с пароувлажнением и др.

Он устанавливает стандартные характеристики жесткой воды и методы ее приготовления.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована ссылка на следующий стандарт:
ГОСТ 24481—80 Вода питьевая. Отбор проб

3 Характеристики (свойства)

3.1 Требования назначения

3.1.1 Природная вода имеет настолько разные характеристики и степень жесткости, что для проведения испытаний, проводимых в различных испытательных лабораториях, может быть использована только деминерализованная вода, жесткость которой затем повышают до определенного уровня.

3.1.2 Настоящий стандарт предусматривает два метода приготовления стандартной жесткой воды.

Метод А позволяет получить состав воды с определенным количеством ионов.

Метод Б дает избыток ионов натрия, хлора и сульфата в жесткой воде по сравнению с приготовлением жесткой воды по методу А.

Метод Б требует меньших затрат времени и будет удовлетворительным, если избыток ионов является приемлемым.

3.2 Единицы измерения

Жесткость воды ($\text{Ca} + \text{Mg}$) выражают в ммоль/л.

П р и м е ч а н и е — Таблица перевода в другие единицы измерения жесткости приведена в приложении А.

3.3 Стандартные значения жесткости воды

Общая жесткость ($\text{Ca} + \text{Mg}$) состоит из трех стандартных значений жесткости воды: 3,00; 1,50; 0,50 ммоль/л.

П р и м е ч а н и е — Каждая страна может выбрать по своему усмотрению из указанных трех стандартных значений жесткости воды одно или два значения, в наибольшей степени соответствующие жесткости природных вод.

3.4 Состав стандартной жесткой воды

3.4.1 Состав воды, приготовленной по методу А

Компонент временной жесткости стандартной жесткой воды образован бикарбонатом кальция ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$), а компонент постоянной жесткости — равными частями хлорида кальция (CaCl_2) и сульфата магния (MgSO_4).

Концентрация ионов в жесткой воде, обеспечиваемая при приготовлении ее методом А, приведена в таблице 1.

Таблица 1 — Концентрация ионов стандартной жесткой воды

Ион	Молярная масса	Общая жесткость					
		3,00 ммоль/л		1,50 ммоль/л		0,50 ммоль/л	
		мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л
Ca	40,0	100	2,50	50	1,25	17	0,42
Mg	24,3	12	0,50	6	0,25	2	0,08
HCO_3	61,0	244	4,00	122	2,00	41	0,67
Cl	35,5	35	1,00	18	0,50	6	0,17
SO_4	96,0	48	0,50	24	0,25	8	0,08
Временная жесткость, ммоль/л		2,00		1,00		0,33	
Общее количество растворенных твердых частиц, мг/л		439,70		220,90		73,60	

3.4.2 Состав воды, приготовленной по методу Б

Компонент временной жесткости стандартной жесткой воды образован бикарбонатами кальция и магния ($\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$) и ($\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$).

Компонент постоянной жесткости образован хлоридами и сульфатами кальция и магния (CaCl_2 , CaSO_4 , MgCl_2 , MgSO_4). Концентрация ионов в жесткой воде, обеспечиваемая при приготовлении ее по методу Б, приведена в таблице 2.

Таблица 2 — Концентрация ионов стандартной жесткой воды

Ион	Молярная масса	Общая жесткость					
		3,00 ммоль/л		1,50 ммоль/л		0,50 ммоль/л	
		мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л
Ca	40,0	89	2,23	45	1,11	15	0,37
Mg	24,3	19	0,77	9	0,39	3	0,13
HCO_3	61,0	244	4,00	122	2,00	41	0,67
Cl	35,5	158	4,46	79	2,23	26	0,75
SO_4	96,0	74	0,77	37	0,39	12	0,13
Na	23,0	92	4,00	46	2,00	15	0,67
Временная жесткость, ммоль/л		2,00		1,00		0,33	
Общее количество растворенных твердых частиц, мг/л		676,00		338,00		112,00	

Избыток ионов натрия, хлора и сульфата в жесткой воде, приготовленной по методу Б, по сравнению с количеством ионов в жесткой воде, приготовленной по методу А, указан в таблице 3.

Таблица 3

Ион	Молярная масса	Общая жесткость					
		3,00 ммоль/л		1,50 ммоль/л		0,50 ммоль/л	
		мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л	мг/л	ммоль/л
Na	23,0	92	4,00	46	2,00	15	0,67
Cl	35,5	123	3,46	61	1,73	20	0,58
SO ₄	96,0	26	0,27	13	0,14	4	0,05

4 Приготовление стандартной искусственной жесткой воды

4.1 Деминерализация

Природную воду предварительно деминерализуют до такой степени, чтобы удельное электрическое сопротивление ее было не менее 100000 Ом (проводимость — не более 10 мкОм/см). Такую воду можно получить в аппаратах с колонкой катионообменных и ионообменных смол.

Причина — Если применяют новое устройство для деминерализации, то (приготовленные таким образом) первую или первые две порции воды не используют. Однако это условие не является обязательным после нормальной регенерации.

4.2 Повышение жесткости воды. Метод А

Осущенный карбонат кальция (CaCO_3) взвешивают в количестве, зависящем от количества и желаемой степени жесткости приготовляемой жесткой воды из расчета: 0,033; 0,100 или 0,200 г на каждый литр приготовляемой жесткой воды со степенями жесткости 0,50; 1,50 и 3,00 ммоль/л соответственно.

Указанное количество бикарбоната кальция смешивают с небольшим количеством деминерализованной воды до образования шлама, а затем добавляют последний в оставшееся количество деминерализованной воды.

При помощи стержневых или кольцевых распылителей с небольшими отверстиями, смонтированных на дне резервуара, медленно вдувают углекислый газ. Давление углекислого газа перед введением в резервуар снижают примерно до 35 кПа при помощи клапана сброса. При необходимости клапан нагревают во избежание его замораживания.

Эту операцию, которая снижает показатель концентрации водородных ионов pH и превращает нерастворимый карбонат кальция в растворимый бикарбонат кальция, продолжают до тех пор, пока вода станет прозрачной. Операция может длиться в течение 1—3 ч в зависимости от количества приготовляемой жесткой воды и степени жесткости.

Для жесткости 3,00 ммоль/л устойчивый раствор получается при значении pH, равном 7,5. Для более мягкой воды (с меньшей жесткостью) допускаются более высокие значения pH, например: для 1,50 ммоль/л — от 7,5 до 8,0 pH; для 0,50 ммоль/л — от 8,0 до 8,3 pH.

Затем добавляют твердый хлористый кальций в соответствии с половиной значения требуемой постоянной жесткости и требуемого количества приготовляемой воды (1,47 мг $\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ на один литр обеспечивают жесткость 0,01 ммоль/л).

После этого добавляют твердый сернокислый магний (сульфат магния) в количестве, равном другой половине значения требуемой постоянной жесткости (2,46 мг $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ на один литр обеспечивает жесткость 0,01 ммоль/л).

Если конечное значение pH находится ниже диапазона, соответствующего требуемой степени жесткости, то в воду следует вводить воздух, чтобы фактическое значение pH поднять до уровня, находящегося в пределах значений диапазона. При нормальной рабочей температуре такая вода является устойчивой.

Перед использованием воды необходимо повторно отрегулировать pH с помощью HCl или NaOH.

Причина — Вода может стать неустойчивой при поступлении в нее воздуха при ее взбалтывании или, если она хранится на открытом воздухе.

4.3 Повышение жесткости воды (способ смешивания солей). Метод Б

4.3.1 Приготовляют три раствора:

раствор 1 — 800 ммоль/л NaHCO_3 (67,2 г/л);

раствор 2 — 154,2 ммоль/л $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ (38,0 г/л);
раствор 3 — 446,1 ммоль/л $CaCl_2 \cdot 2H_2O$ (65,6 г/л).

4.3.2 Приготовление стандартной жесткой воды с жесткостью 3,00 ммоль/л

В резервуар, содержащий 7 л деминерализованной воды, добавляют по 50 мл каждого из трех растворов 1, 2, 3. Затем в этот же резервуар дополнительно добавляют деминерализованную воду в таком количестве, чтобы общее количество жидкости в резервуаре было равно 10 л. Перед использованием полученной жесткой воды необходимо привести pH с помощью HCl или NaOH к значению, равному 7,5.

4.3.3 Приготовление стандартной жесткой воды с жесткостью 1,50; 0,50 ммоль/л

Стандартные жесткие воды с жесткостью, меньшей чем 3,00 ммоль/л, а именно, 1,50; 0,50 ммоль/л, могут быть приготовлены путем разбавления стандартной жесткой воды с жесткостью 3,00 ммоль/л. Значения показателей содержания ионов водорода pH для воды с такими степенями жесткости должны находиться в пределах:

1,50 ммоль/л — pH 7,5—7,9;
0,50 ммоль/л — pH 8,0—8,8.

5 Хранение стандартной жесткой воды

Стандартная жесткая вода должна храниться в закрытых резервуарах, чтобы исключить воздействие на нее воздуха и света, предотвратить утечку CO_2 , а также предотвратить загрязнение воды и рост органических веществ.

При хранении воды в закрытом резервуаре срок ее годности составляет не более месяца, а при хранении в открытом резервуаре — не более одного дня.

6 Влияние нагревания стандартной жесткой воды

При нагревании стандартной жесткой воды с жесткостью 3,00 ммоль/л от 20 до 90 °С при температуре 85 °С (в зависимости от скорости нагревания) начинается образование накипи. При нагревании до более низкой температуры от 60 до 80 °С образование накипи начинает происходить через несколько минут. При температуре нагрева выше 60 °С образуется кристаллический арагонит, а при температуре ниже 40 °С — кристаллический кальций.

П р и м е ч а н и е — Арагонит является объемным с игольчатой структурой и может легко закупорить небольшие отверстия. Кальций является менее объемным, но имеет твердую структуру.

7 Проверка

Общая жесткость стандартной жесткой воды может быть определена в соответствии с международным стандартом ИСО 6059—84 «Качество воды. Определение суммарного содержания кальция и магния комплексонометрическим методом», приведенным в приложении Б.

ПРИЛОЖЕНИЕ А
(справочное)

Жесткость воды. Перевод единиц

1 ммоль/л (моль/м³) = 2,0 миллиэквивалента = 2 м : экв/л;
 = 100 ppm (частей на миллион CaCO₃);
 = 10 частей на 100 000;
 = 10 французских градусов;
 = 7,0 английских градусов (или градусов Кларка);
 = 5,6 немецких градусов;
 = 5,8 градусов США.

Численные значения жесткости воды в английских, французских и немецких градусах для стандартных значений степеней жесткости воды, выраженных в единицах измерения, принятых в настоящем стандарте, приведены в таблице А.1.

Таблица А.1

Стандартное значение жесткости, ммоль/д	Французские градусы	Английские градусы	Немецкие градусы
0,50	5,0	3,5	2,8
1,50	15,0	10,5	8,4
3,00	30,0	21,0	16,8

ПРИЛОЖЕНИЕ Б
(рекомендуемое)

Качество воды.

**Определение суммарного содержания кальция и магния комплексонометрическим методом
(ISO 6059—84)**

Б.1 Назначение и область применения

Настоящий международный стандарт устанавливает титрометрический метод с использованием комплексона-III этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) для определения суммы кальция и магния в грунтовых, поверхностных и питьевых водах. Этот метод не распространяется на сточные воды и воды, имеющие высокую концентрацию солей (например морские воды).

Самая низкая концентрация, которая может быть определена, — 0,05 ммоль/дм³.

Б.2 Сущность метода

Сущность метода заключается в комплексонометрическом титровании кальция и магния водным раствором двунатриевой соли ЭДТА при pH 10. В качестве индикатора используется потрава черная II, которая дает красный или фиолетовый цвет в присутствии ионов кальция и магния.

При титровании ЭДТА вначале вступает в реакцию со свободными ионами кальция и магния в растворе, а затем в точке равновесия с теми ионами кальция и магния, которые связаны с индикатором, выделяя данный индикатор в свободном состоянии, что вызывает изменение цвета от красного или фиолетового до синего.

Результат выражают в единицах концентрации вещества. Если содержание кальция определено отдельно, то можно вычислить концентрацию магния.

Б.3 Реактивы

В ходе анализа используют реактивы только известного аналитического качества и только дистиллированную воду или воду эквивалентной чистоты.

Б.3.1 Буферный раствор

Растворяют 67,5 хлористого аммония (NH₄Cl) в 570 см³ раствора аммиака (25 % по массе $\omega_{20} = 0,910 \text{ г/см}^3$). Затем добавляют 5,0 г двунатриевой соли магния ЭДТА (C₁₀H₁₂N₂O₈Na₂Mg) и разбавляют водой до 1000 см³. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде (срок хранения ограничен). Разбавляют 10 см³ этого раствора до 100 см³ водой. Если значение pH полученного раствора ниже 10 ± 0,1, то исходный раствор выбрасывают.

Б.3.2 ЭДТА стандартный титрованный раствор, c ($\text{Na}_2\text{ЭДТА}$) = 10 ммоль/дм³

Б.3.2.1 Приготовление

Высушивают порцию двунатриевой соли ЭДТА ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) в течение 2 ч при температуре 80 °С, растворяют 3,725 г сухой соли в воде и доводят объем до метки в мерной колбе вместимостью 1000 см³. Раствор ЭДТА хранят в полиэтиленовой посуде, регулярно проверяя концентрацию.

Б.3.2.2 Стандартизация раствора

Проводят стандартизацию раствора (Б.3.2.1), используя для этого эталонный раствор кальция (Б.3.3), ход определения описан в Б.6. Отбирают 20 см³ стандартного эталонного раствора кальция (Б.3.3) и разбавляют до 50 см³.

Б.3.2.3 Определение концентрации

Концентрацию раствора ЭДТА c_1 , ммоль/дм³, вычисляют по формуле

$$c_1 = \frac{c_2 \cdot V_1}{V_2}, \quad (\text{Б.1})$$

где c_2 — концентрация стандартного эталонного раствора кальция (Б.3.3), ммоль/дм³;

V_1 — объем стандартного эталонного раствора кальция, см³;

V_2 — объем раствора ЭДТА, израсходованный на титрование, см³.

Б.3.3 Стандартный эталонный раствор кальция c (CaCO_3) = 10 ммоль/дм³

Высушивают пробу чистого карбоната кальция в течение 2 ч при температуре 150 °С и охлаждают до комнатной температуры в экскаторе.

Помещают 1,001 г пробы в коническую колбу вместимостью 500 см³ и увлажняют водой. Раствор соляной кислоты 4 ммоль/дм³ добавляют по капле до тех пор, пока не растворится весь карбонат. Следует избегать избыточного добавления кислоты. Затем добавляют 200 см³ воды, кипятят в течение нескольких минут для освобождения от двуокиси углерода. Раствор охлаждают до комнатной температуры, добавляют несколько капель раствора индикатора метилового красного и 3 ммоль/дм³ раствора аммиака до оранжевой окраски раствора. Раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 1000 см³ и разбавляют водой до метки.

1 см³ этого раствора содержит 0,4008 мг (0,01 ммоль) кальция.

П р и м е ч а н и е — Вместо этого раствора можно использовать растворы, выпускаемые промышленностью.

Б.3.4 Потрава черная II (эриохром черный), индикатор

Растворяют 0,5 г натриевой соли потравы черной II/1- (1-тидроокиси) (2-нафталазо)-6-нитро-2-нафтот-4-сульфокислоты ($\text{C}_{20}\text{H}_{12}\text{N}_3\text{O}_7\text{SNa}$) в 100 см³ тетраноламина [(HOCH_2CH_2)₃N].

Можно для уменьшения вязкости раствора добавить 25 см³ этианола вместо триэтаноламина.

П р и м е ч а н и е — Чтобы облегчить определение точки перехода окраски, можно модифицировать индикатор добавлением 0,17 г метаниловой соли (4-анилидоазобензен-сульфониловой кислоты натриевой соли). В этом случае цвет будет изменяться от красного до светло-серого или зеленого.

Б.4 Аппаратура

Б.4.1 Используют обычное лабораторное оборудование, а также бюретку вместимостью 25 см³ с ценой деления 0,05 см³ или эквивалентное оборудование.

Б.5 Отбор и хранение проб

Пробы следует отбирать и хранить согласно требованиям ГОСТ 24481.

Б.6 Ход определения

Б.6.1 Приготовление исследуемой порции

Пробы не требуют предварительной обработки, за исключением проб, содержащих большие количества взвешенных веществ, такие пробы следует фильтровать через фильтр диаметром пор 0,45 мкм сразу же после отбора. В случае фильтрования имеется риск удаления некоторых количеств кальция и магния.

Пробы воды, имеющие содержание суммы кальция и магния выше 3,6 ммоль/дм³, следует разбавлять до тех пор, пока их концентрация не станет ниже этой концентрации. При разбавлении записывают степень разбавления.

Если исследуемые пробы были подкислены с целью консервирования, их нейтрализуют 2 ммоль/дм³ раствором гидроокиси натрия. При вычислении результатов учитывают любое разбавление пробы или исследуемой порции кислотой или щелочью.

Б.6.2 Ход определения

Б.6.2.1 Пипеткой отбирают 50,0 см³ исследуемого раствора в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 4 см³ буферного раствора и 3 капли индикатора — потравы черной II. Цвет раствора должен стать фиолетовым или бордо, а значение pH должно быть $10,0 \pm 0,1$.

Затем раствор немедленно титруют, добавляя из бюретки раствор ЭДТА при постоянном перемешивании. Вначале титруют быстро, а к концу титрования — медленнее. Когда цвет раствора начнет изменяться от фиолетового или бордо до синего, раствор ЭДТА добавляют по каплям. Конец титрования наступает тогда, когда исчезнет последний красный оттенок. Окраска раствора больше не должна изменяться при добавлении капли раствора ЭДТА.