



НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

Якість води

ВИЗНАЧАННЯ СУМАРНОГО ВМІСТУ КАЛЬЦІЮ ТА МАГНІЮ

Титрометричний метод із застосовуванням
етилендіамінтетраоцтової кислоти
(ISO 6059:1984, IDT)

ДСТУ ISO 6059:2003

Видання офіційне

БЗ № 10 – 2002/552

КИЇВ
ДЕРЖСПОЖИВСТАНДАРТ УКРАЇНИ
2004

ПЕРЕДМОВА

1 ВНЕСЕНО: Технічний комітет «Спиртогорілчані вироби, дріжджі» Українського науково-дослідного інституту спирту і біотехнології продовольчих продуктів (ТК 64)

ПЕРЕКЛАД І НАУКОВО-ТЕХНІЧНЕ РЕДАГУВАННЯ: **В. Янчевський** д-р техн. наук, академік;
Є. Пісарев канд. техн. наук; **К. Данилова** канд. техн. наук; **Н. Булах**

2 НАДАНО ЧИННОСТІ: наказ Держспоживстандарту України від 10 червня 2003 р. № 101 з 2004–07–01

3 Національний стандарт відповідає ISO 6059:1984 Water quality — Determination of the sum of calcium and magnesium — EDTA titrimetric method (Якість води. Визначання сумарного вмісту кальцію та магнію. Титриметричний метод із застосуванням етилендіамінтетраоцтової кислоти)

Ступінь відповідності — ідентичний (IDT)

Переклад з англійської (en)

4 УВЕДЕНО ВПЕРШЕ

Право власності на цей документ належить державі.

Відтворювати, тиражувати і розповсюджувати його повністю чи частково
на будь-яких носіях інформації без офіційного дозволу заборонено.

Стосовно врегулювання прав власності треба звертатися до Держспоживстандарту України.

Держспоживстандарт України, 2004

НАЦІОНАЛЬНИЙ ВСТУП

Цей стандарт є тотожний переклад ISO 6059:1984 Water quality — Determination of the sum of calcium and magnesium — EDTA titrimetric method (Якість води. Визначання сумарного вмісту кальцію та магнію. Титриметричний метод із застосуванням етилендіамінтетраоцтової кислоти).

Технічний комітет, відповідальний за цей стандарт — ТК 64 «Спиртогорілчані вироби, дріжджі».

До стандарту внесено такі редакційні зміни:

- слова «цей міжнародний стандарт» замінено на «цей стандарт»;
- до розділу 2 «Нормативні посилання» долучено «Національне пояснення», виділене рамкою;
- структурні елементи цього стандарту: «Обкладинку», «Передмову», «Національний вступ», та «Бібліографічні дані» — оформлено згідно з вимогами національної стандартизації України;
- ISO 5667 прийнято в Україні як ДСТУ ISO 5667:2003.

Копії документів, на які є посилання в цьому стандарті, можна отримати в Головному фонді нормативних документів ДП «УкрНДНЦ».

НАЦІОНАЛЬНИЙ СТАНДАРТ УКРАЇНИ

ЯКІСТЬ ВОДИ

ВИЗНАЧАННЯ СУМАРНОГО ВМІСТУ КАЛЬЦІЮ ТА МАГНІЮ

Титриметричний метод із застосуванням
етилендіамінтетраоцтової кислоти

КАЧЕСТВО ВОДЫ

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СУММАРНОГО СОДЕРЖАНИЯ КАЛЬЦИЯ И МАГНИЯ

Титриметрический метод с использованием
этилендиаминтетрауксусной кислоты

WATER QUALITY

DETERMINATION OF THE SUM OF CALCIUM AND MAGNESIUM

EDTA Titrimetric method

Чинний від 2004-07-01

1 СФЕРА ЗАСТОСУВАННЯ

Цей стандарт визначає метод титрування з використанням етилендіамінтетраоцтової кислоти (далі — ЕДТК) для визначання сумарного вмісту кальцію та магнію в ґрунтових та поверхневих водах, а також у питній воді. Метод не поширюється на стічні води та води з високою концентрацією солі, наприклад, морської води. Найменша концентрація, яку може бути визначено, становить 0,05 ммоль/дм³.

2 НОРМАТИВНІ ПОСИЛАННЯ

ISO 385/1 Laboratory glassware — Burettes — Part 1: General requirements

ISO 5667 Water quality — Sampling —

Part 1: Guidance on the design of sampling programmes

Part 2: Guidance on sampling techniques

Part 3: Guidance on the preservation and handling of sampling.

НАЦІОНАЛЬНЕ ПОЯСНЕННЯ

ISO 385/1 Лабораторний посуд. Бюретки. Частина 1. Загальні вимоги

ISO 5667 Якість води. Відбирання проб.

Частина 1. Методичні вказівки щодо проектування програм відбирання проб

Частина 2. Методичні вказівки по методам відбирання проб

Частина 3. Методичні вказівки по зберіганню та поводженню з пробами.

3 ПРИНЦИП

Комплексометрично титрують кальцій та магній водним розчином двонатрієвої солі етилендіамінтетраоцтової кислоти за значення рН 10. Еріохром чорний, що має синій колір, в присутності

іонів кальцію та магнію утворює пурпурово-червоне або фіолетове забарвлення, використовують в якості індикатора.

У процесі титрування етилендіамінтетраоцтова кислота спочатку вступає в реакцію з незв'язаними іонами кальцію та магнію, а потім в еквівалентній точці — з іонами кальцію та магнію, які об'єднуються з індикатором, вивільняючи цей індикатор та змінюючи колір від пурпурово-червоного або фіолетового до синього.

Результати наводять у кількості одиниць концентрації речовини. Якщо вміст кальцію визначали окремо, масову концентрацію магнію можна розрахувати.

4 РЕАКТИВИ

У процесі аналізування треба використовувати лише реактиви визнаного аналітичного класу та дистильовану воду або воду еквівалентної частоти.

4.1 Буферний розчин

Розчинити 67,5 г хлористого амонію (NH_4Cl) в 570 cm^3 розчину аміаку [25 % (мас.); $C_{20} = 0,910 \text{ г/см}^3$]. Потім додати 5,0 г двонатрієвої солі магнію етилендіамінтетраоцтової кислоти ($\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2\text{Mg}$) та довести об'єм за допомогою води до 1000 cm^3 .

Зберігати розчин (тривалість зберігання обмежено) у поліетиленовій пляшці.

Розчинити 10 cm^3 розчину у 100 cm^3 води. Якщо рН розчину не дорівнює $10 \pm 0,1$, відбракувати первинний розчин.

4.2 Етилендіамінтетраоцтова кислота, стандартний титрований розчин, $c(\text{Na}_2\text{EDTK}) \sim 10 \text{ ммоль/дм}^3$.

4.2.1 Готування

Сушити порцію двонатрієвої солі дегідрату етилендіамінтетраоцтової кислоти ($\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) за температури 80 °С протягом 2 год, розчинити 3,725 г сухої солі у воді та довести об'єм до 1000 cm^3 в мірній колбі. Зберігати розчин етилендіамінтетраоцтової кислоти в поліетиленовій пляшці та регулярно перевіряти його концентрацію.

4.2.2 Готування еталонного розчину

Приготувати еталонний розчин (див. 4.2.1) по відношенню до стандартного еталонного розчину кальцію (див. 4.3) за допомогою процедури, описаної в розділі 7.

Використати 20,0 cm^3 стандартного еталонного розчину кальцію (див. 4.3) та розвести його до 50 cm^3 .

4.2.3 Обчислювання концентрації

Концентрацію розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти, c_1 , виражену в мілімолях на дециметр кубічний, розраховують за рівнянням:

$$c_1 = \frac{c_2 V_1}{V_2},$$

де c_2 — концентрація стандартного еталонного розчину кальцію (див. 4.3), ммоль/дм³;

V_1 — об'єм стандартного еталонного розчину кальцію, см³;

V_2 — об'єм розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти, що використовували для еталонування, см³.

4.3 Кальцій, стандартний еталонний розчин, $c(\text{CaCO}_3) = 10 \text{ моль/дм}^3$.

Сушити пробу чистого карбонату кальцію протягом 2 год за температури 150 °С та дати охолонути до кімнатної температури в ексикаторі. Покласти 1,001 г у конічну колбу місткістю 500 cm^3 та зволожити водою. Додавати краплями 4 моль/дм³ соляної кислоти до повного розчинення всього карбонату. Не допускати надмірного додавання кислоти. Налити 200 cm^3 води та кип'ятити протягом кількох хвилин з метою видалення вуглекислого газу. Охолодити до кімнатної температури та додати кілька крапель розчину метилового червоного. Додати 3 моль/дм³ розчину аміаку для забарвлення розчину в оранжевий колір. Перелити розчин у мірну колбу з однією позначкою місткістю 1000 cm^3 та довести об'єм до позначки за допомогою води.

1 см³ розчину містить у собі 0,4008 мг (0,01 ммоль) кальцію.

Примітка. Можна використовувати промислові розчини.

4.4 Еріохром чорний, індикатор.

Розчинити 0,5 г еріохрому чорного 11, солі натрію [1-(1-гідроксі-2-нафтілазо)-6-нітро-2-нафтол-4-сульфонова кислота] ($C_{20}H_{12}N_3O_7SNa$), в 100 см³ триетаноламіну $[(HOCH_2CH_2)_3N]$. Для зниження в'язкості розчину замість триетаноламіну можна додати 25 см³ етилового спирту.

Примітка. Для полегшення визначання кінцевої точки індикатор можна модифікувати, додавши 0,17 г метанілової солі (4-анілідоазобензол-сульфонова кислота натрієвої солі). Колір зміниться від червоного до блідо-сірого або зеленого.

5 УСТАТКОВАННЯ

Звичайне лабораторне устаткування та:

Бюретка, місткістю 25 см³, з ціною поділки 0,05 см³ згідно з ISO 385-1, клас А, або еквівалентне устаткування.

6 ВІДБИРАННЯ ТА ГОТУВАННЯ ПРОБ

Відбирати проби треба згідно з відповідними частинами ДСТУ ISO 5667.

7 ПРОЦЕДУРА

7.1 Готування робочої частини проби

Проби не потребують попереднього оброблення, за винятком випадків, коли вони містять у собі велику кількість часток, які потрібно видалити якнайскоріше після відбирання за допомогою фільтру з розміром пор 0,45 мкм.

Розвести робочі частини проби, сумарний вміст кальцію та магнію в яких перевищує 3,6 ммоль/дм³, щоб знизити цю концентрацію, та відмітити коефіцієнт розведення F .

Якщо робочі частини проби було підкислено з метою зберігання, їх треба нейтралізувати розрахунковою кількістю 2 ммоль/дм³ розчину їдкого натру. Під час обчислювання результатів треба брати до уваги будь-яке розведення проби або робочої частини проби кислотою або лугом.

7.2 Визначання

7.2.1 За допомогою піпетки перенести 50,0 см³ випробного розчину у конічну колбу місткістю 250 см³. Додати 4 см³ буферного розчину (див. 4.1) та три краплі індикатора еріохрому чорного (див. 4.4). Колір розчину зміниться на пурпурово-червоний або фіолетовий, а його значення рН становитиме $10,0 \pm 0,1$.

Негайно приступити до титрування, додаючи розчин етилендіамінтетраоцтової кислоти (див. 4.2) з бюретки (розділ 5), який постійно перемішується. На початку титрувати скоріше, а в кінці — повільніше. Додати розчин етилендіамінтетраоцтової кислоти, коли колір розчину починає змінюватись від пурпурово-червоного або фіолетового на синій. Кінцева точка досягається, коли зникає останній відтінок червоного кольору.

Колір не повинен більше змінюватись під час додавання чергової краплі розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти.

7.2.2 Титрувати додаткову робочу пробу таким чином:

Налити 50,0 см³ робочої проби у колбу. Додати таку кількість розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти, яка на 0,5 см³ менше тієї, яка була використана під час першого титрування (див. 7.2.1). Додати 4 см³ буферного розчину (див. 4.1) та три краплі індикатора еріохрому чорного (див. 4.4). Додати краплями етилендіамінтетраоцтову кислоту до досягнення кінцевої точки.

7.2.3 Якщо споживання розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти менше 4,5 см³, титрувати, використовуючи більшу порцію робочої проби, та пропорційно збільшити об'єм буферного розчину (див. 4.1).

Якщо споживання розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти перевищує 20 см³, титрувати, використовуючи меншу порцію робочої проби. Додати воду з тим, щоб початковий об'єм становив 50 см³.

8 ОПРАЦЮВУВАННЯ РЕЗУЛЬТАТІВ

Вміст кальцію, $c_{\text{Ca+Mg}}$, виражений в мілімолях на дециметр кубічний, розраховують за рівнянням:

$$c_{\text{Ca+Mg}} = \frac{c_1 V_3}{V_0},$$

де c_1 — концентрація розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти, ммоль/дм³;

V_0 — об'єм робочої частини проби (зазвичай, 50 см³), см³;

V_3 — об'єм етилендіамінтетраоцтової кислоти, що використовували під час титрування (див. 7.2.2), см³.

Під час використання розведеної робочої проби треба змінити обчислювання відповідним чином, використовуючи коефіцієнт розведення F .

Обчислювання жорсткості дивись у додатку.

9 ТОЧНІСТЬ

Повторність процедури становить $\pm 0,04$ ммоль/дм³, що дорівнює приблизно 2 краплям розчину етилендіамінтетраоцтової кислоти.

10 ІНТЕРФЕРЕНЦІЇ

ЗАСТОРОГА! Ціанід натрію є отрутою. Треба вжити необхідних заходів техніки безпеки під час роботи з цим хімікатом. Заборонено окислювати розчини, що містять у собі ціанід натрію.

Іони алюмінію, барію, свинцю, заліза, кобальту, міді, марганцю, олова та цинку впливають на визначання, оскільки їх можна титрувати як кальцій або затемнювати колір у кінцевій точці. Іони ортофосфату та карбонату можуть осаджувати кальцій під час рН титрування. Таким самим чином деякі органічні речовини можуть впливати на визначання.

Інтерференція від іонів заліза за концентрацій 10 мг/дм³ або менше може маскуватись додаванням 250 мг ціаніду натрію до робочої частини проби. Ціанід також зводить до мінімуму інтерференцію від цинку, міді та кобальту. Перед додаванням ціаніду натрію треба упевнитись, що розчин є лужним.

Якщо інтерференцію неможливо усунути, треба застосовувати метод атомної абсорбції. Цей метод стане предметом іншого міжнародного стандарту.

1.1 ПРОТОКОЛ ВИПРОБОВУВАННЯ

Протокол випробовування повинен містити таку інформацію:

- а) посилання на цей стандарт;
- б) повна ідентифікація проби;
- в) результат, в мілімолях на дециметр кубічний з точністю до 0,02 ммоль/дм³;
- г) готування робочої частини проби (якщо така є);
- д) будь-який відхил від процедури, зазначеної у цьому стандарті, або будь-які інші обставини, які можуть вплинути на результат.

БІБЛІОГРАФІЯ

1 American Public Health Association, American Waterworks Association, Water Pollution Control Federation, Joint Editorial Board. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 15th ed, Denver, Colorado, USA, 1980, p. 185. (Стандартні методи обстеження води та стічних вод).

2 Schwarzenbach, G. and Flaschka, H. Complexometric Titrations, 2 nd ed., New York, Barnes & Noble, 1969 (Комплексометричне титрування).

ДОДАТОК А

ПОНЯТТЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ (ЦЕЙ ДОДАТОК НЕ Є ЧАСТИНОЮ СТАНДАРТУ)

A.0 Вступ

Твердість води — це старе поняття, використане для опису вмісту кальцію і магнію у водах. Існують інші типи твердості (загальна твердість, карбонатна твердість і інші). Різні країни прийняли інші визначання поняття. Деякі визначання наводяться в А.1 як приклади.

A.1 Визначення**A.1.1 Загальна твердість (*total hardness*)**

Загальна концентрація кальцію і магнію

A.1.2 Карбонатна твердість (*carbonate hardness*)

Частина загальної твердості, еквівалентної вмісту карбонату і вугільної кислоти у воді.

A.2 Одиниці твердості**A.2.1 Німецький градус твердості**

1 німецький градус твердості (1 °DH) — твердість, викликана вмістом 10 мг/дм³ оксиду кальцію або як концентрація речовини в кількості 0,178 ммоль/дм³.

Примітка. Німецькі градуси твердості не мають широкого розповсюдження.

A.2.2 Градус твердості Великобританії

1 градус твердості Великобританії (1 °Clark) — твердість, викликана вмістом карбонату кальцію в кількості 1 гран (0,0648 г) в англійському галоні (4,54 дм³), тобто 14,3 мг/дм³ або як концентрація речовини, яка дорівнює 0,143 ммоль/дм³.

A.2.3 Французький градус твердості

1 французький градус твердості — твердість, викликана змістом 10 мг/дм³ карбонату кальцію або як концентрація речовини в кількості 0,1 ммоль/дм³.

A.2.4 Градус твердості США

У США твердість виражають у частках на мільйон (ppm) карбонату кальцію або кількості міліграмів карбонату кальцію в літрі. 1 мг/дм³ карбонату кальцію відповідає концентрації речовини в кількості 0,01 ммоль/дм³.

A.3 Таблиця для переведення різних одиниць

Нижче наведено таблицю для переведення в різні одиниці твердості.

		Німеччина		Великобританія	Франція	США
		ммоль/дм ³	°DH	°Clark	degree F	Ppm
	ммоль/дм ³	1	5,61	7,02	10	100
Німеччина	°DH	0,178	1	1,25	1,78	17,8
Велико- британія	°Clark	0,143	0,80	1	1,43	14,3
Франція	degree F	0,1	0,56	0,70	1	10
США	Ppm	0,01	0,056	0,070	0,1	1

13.060.50

Ключові слова: вода, якість, хімічне аналізування, визначання вмісту , магній, титрометричне аналізування.

Редактор **С. Мельниченко**
Технічний редактор **О. Касіч**
Коректор **О. Тарасун**
Комп'ютерна верстка **О. Кондратюк**

Підписано до друку 02.08.2004. Формат 60 × 84 1/8.
Ум. друк. арк. 0,93. Зам. Ціна договірна.

Редакційно-видавничий відділ ДП «УкрНДНЦ»
03115, м. Київ, вул. Святошинська, 2