

ГОСТ 29263—91
(ИСО 2174—90)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

**ВЕЩЕСТВА
ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ**

**МЕТОД ПРИГОТОВЛЕНИЯ ВОДЫ
ЗАДАННОЙ КАЛЬЦИЕВОЙ ЖЕСТКОСТИ**

Издание официальное

БЗ 11—2003

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ**ВЕЩЕСТВА ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ****Метод приготовления воды
заданной кальциевой жесткости****ГОСТ
29263—91**Surface active agents.
Preparation of water with known calcium hardness**(ИСО 2174—90)**МКС 71.100.40
ОКСТУ 2409Дата введения **01.01.93**

Настоящий стандарт устанавливает метод приготовления воды заданной кальциевой жесткости, используемой при испытаниях поверхностно-активных веществ и продуктов, содержащих эти вещества.

Систематические исследования показали, что в большинстве испытаний поверхностно-активных веществ в жесткой воде нет существенного различия между кальциевой и магниевой жесткостями, поэтому эти испытания можно проводить с водным раствором хлорида кальция с известной жесткостью.

Применение других ионов, обуславливающих жесткость воды, указывают в протоколе испытания.

1. АППАРАТУРА И РЕАКТИВЫ

Приборы мерные лабораторные, стеклянные. Пипетки, бюретки по ГОСТ 29227, ГОСТ 29251.

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770.

Посуда и оборудование стеклянные лабораторные по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем стандарте употребляются следующие определения:

Жесткость воды — свойство, возникающее вследствие присутствия солей кальция или магния и в особых случаях — солей стронция или бария (или обеих вместе).

Единица измерения жесткости воды — миллимоль на кубический дециметр (ммоль/дм³). 1 ммоль/дм³ кальциевой жесткости соответствует содержанию 40,08 мг ионов кальция в 1 дм³ воды.

Эквиваленты для других величин жесткости воды наряду с другими единицами, используемыми в настоящее время для измерения жесткости воды, и соотношения между указанными единицами приведены в приложении.

Примечание. Первоначально жесткость воды оценивали по ее способности к устранению мыльной пены. Это свойство объясняется главным образом наличием кальция или магния, однако соли других металлов, таких как железо, алюминий и марганец, оказывают такое же воздействие, хотя они и редко встречаются в природных водах.

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Основной раствор готовят растворением соответствующего количества хлорида кальция в воде. Затем определяют в нем содержание кальция комплексометрическим титрованием динатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА) (этилендинитрилтетрауксусной кислоты (ЭДТА)) с использованием смеси эриохрома черного Т (протравного черного П) и метилового красного в качестве индикатора.

Растворы требуемой жесткости готовят разбавлением соответствующих объемов основного раствора.

4. РЕАКТИВЫ И РАСТВОРЫ

Все реактивы должны быть химически чистыми, а используемая вода — дистиллированной или водой эквивалентной чистоты.

Кальций хлористый 2-водный ($\text{CaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) по ТУ 6—09—5077.

При отсутствии дигидрата берут эквивалентное количество безводного хлористого кальция или другого гидрата.

Аммиак по ГОСТ 3760, раствор.

П р е д у п р е ж д е н и е: соблюдать инструкции техники безопасности, касающиеся работы с ядовитыми веществами.

57 см³ раствора аммиака ($\rho_{20} = 0,90$ г/см³) и 1 г цианида калия разбавляют водой до 100 см³.

Раствор цианида калия можно разрушить путем обработки гипохлоридом калия и перекисью водорода.

Динатриевая соль ЭДТА (Na_2 ЭДТА) по ГОСТ 10652, титрованный раствор молярной концентрации $c(\text{Na}_2 \text{ ЭДТА} \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = 0,05$ моль/дм³.

18,612 г динатриевой соли ЭДТА дигидрата растворяют в воде и разбавляют до 1 дм³ в мерной колбе. 1 см³ такого стабильного раствора эквивалентен 0,05 ммоль, т. е. 2,004 мг ионов кальция.

4.1. Смесь индикаторов

4.1.1. Приготовление магниевой-натриевой соли ЭДТА (MgNa_2 ЭДТА), гексагидрата

18,6 г динатриевой соли ЭДТА дигидрата растворяют в 75 см³ очень горячей воды.

К полученному раствору добавляют 12,3 г сернистого магния 7-водного по ГОСТ 4523, растворенного в 25 см³ очень горячей воды.

После тщательного перемешивания двух растворов смесь закрывают и охлаждают. Плавающий сверху слой сливают и остаток трижды промывают холодной водой, каждый раз сливая промывные воды.

Кристаллы промывают водой через воронку Бюхнера и высушивают в эксикаторе при пониженном давлении или в печи при температуре 85 °С.

4.1.2. Приготовление смеси индикаторов

200 мг эриохрома черного Т и 37 мг метилового красного по ТУ 6—09—5169 измельчают вместе с 50 г хлористого аммония. К ним добавляют 750 г хлористого аммония по ГОСТ 3773 и 10 г магниевой-натриевой соли ЭДТА (MgNa_2 ЭДТА) гексагидрата, затем измельчают до получения однородной смеси.

Смесь индикаторов хранят в стеклянной бутылке с притертой стеклянной пробкой.

П р и м е ч а н и е. В связи с нестабильностью растворов эриохрома черного Т приготовленную смесь индикаторов хранят в виде сухого порошка. Порошок используют вместе с хлористым аммонием, который вступает во взаимодействие с ионами магния.

Наличие магниевой-натриевой соли ЭДТА дает возможность индикатору взаимодействовать с ионами кальция, а содержащийся в нем метиловый красный способствует изменению окраски в конце титрования.

Вместо смеси индикаторов можно использовать индикаторы в таблетках, при этом окраска меняется от красной до зеленой, а в конце титрования становится серой.

5. АППАРАТУРА

Обычная лабораторная аппаратура и

Колба мерная вместимостью 250 см³ и 1000 см³ по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 25 и 50 см³ по ГОСТ 29227.

Бутылка из темно-желтого стекла со стеклянной пробкой вместимостью 5 дм³.

Колба коническая вместимостью 250 см³ по ГОСТ 25336.
 Бюретка вместимостью 50 см³ по ГОСТ 29251.
 Весы аналитические.

6. МЕТОДИКА ИСПЫТАНИЯ

6.1. Приготовление основного раствора

220,5 г дигидрата хлористого кальция растворяют в воде, разбавляют до 5 дм³ и хранят в бутылки.

Из полученного раствора, содержащего приблизительно 300 ммоль ионов кальция в 1 дм³, можно приготовить воду требуемой жесткости.

6.2. Определение массовой доли кальция в основном растворе

Пипеткой берут 50 см³ основного раствора, приготовленного по п. 6.1, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см³ и разбавляют водой до метки.

25 см³ полученного раствора пипеткой переносят в коническую колбу. Раствор разбавляют 100 см³ воды, добавляют 4 см³ раствора аммиака цилиндром и 0,3 г смеси индикаторов (п. 4.1). Смесь нагревают приблизительно до 40 °С и титруют раствором Na₂ ЭДТА до зеленой окраски.

Массовую концентрацию кальция (Са) в основном растворе, выраженную в миллимолях ионов кальция на дециметр кубический, вычисляют по формуле

$$Ca = 0,05 \cdot V \cdot \frac{250}{25} \cdot \frac{1000}{50} = 10 \cdot V,$$

где V — объем раствора Na₂ ЭДТА, израсходованный на титрование, см³;

0,05 — фактическая концентрация раствора, выраженная в моль/дм³ Na₂ ЭДТА·2Н₂О.

6.3. Приготовление воды заданной кальциевой жесткости

Объем основного раствора V_0 , см³, необходимого для приготовления объема раствора заданной кальциевой жесткости, вычисляют по формуле

$$V_0 = \frac{V_1 \cdot C_1}{C_0},$$

где V_1 — объем воды заданной кальциевой жесткости, см³;

C_0 — жесткость основного раствора (п. 6.2) в см³ ионов кальция на дм³;

C_1 — требуемая жесткость раствора объемом V_1 , в см³ ионов кальция на дм³.

Объем V_1 выбирают в соответствии с номинальной вместимостью мерной колбы с таким расчетом, чтобы V_0 был больше 10 и меньше 50 см³. Бюретку наполняют основным раствором (п. 6.1).

Вычисленный объем V_0 основного раствора, измеренный с точностью до 0,1 см³, переносят в мерную колбу вместимостью V_1 и доливают до метки водой.

ЕДИНИЦЫ ПЕРЕСЧЕТА ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Наименование единицы	Расшифрованное понятие	Обозначение	Коэффициенты пересчета						
			Ca ²⁺		CaO, °α	мг/кг ¹⁾	CaCO ₃		
			ммоль/дм ³	мэкв/дм ³			°С	°а	°Г
Миллимоль на дециметр кубический	1 ммоль ионов кальция (Ca ²⁺) в 1 дм ³ воды	ммоль/дм ³	1	2,000	5,800	100	7,020	5,8500	10,00
Миллиэквивалент на дециметр кубический	20,04 мг ионов кальция (Ca ²⁺) на 1 дм ³ воды	мэкв/дм ³	0,500	1	2,800	50	3,510	2,9250	5,00
1 немецкая единица жесткости	10 мг окиси кальция (CaO) на 1 дм ³ воды	°α	0,178	0,357	1	17,8	1,250	1,0440	1,78
Миллиграмм на килограмм	1 мг карбоната кальция (CaCO ₃) на 1 дм ³ воды	мг/кг ¹⁾	0,010	0,020	0,056	1	0,070	0,0585	0,10
Английский градус жесткости	1 гран ²⁾ CaCO ₃ в 1 галлоне воды	°С	0,142	0,285	0,798	14,3	1	0,8290	1,43
Американский градус жесткости	1 гран ³⁾ CaCO ₃ в 1 галлоне воды	°а	0,171	0,342	0,958	17,1	1,200	1	1,71
Французский градус жесткости	1 моль (100 г) CaCO ₃ в 10 м ³ воды	°Г	0,100	0,200	0,560	10,0	0,702	0,5850	1

¹⁾ Часто вместо единицы миллиграмм на килограмм допускается использовать единицу «часть на миллион» (ppm).

²⁾ Гран (grain) = 0,065 г. Английский галлон воды равен 4,54 дм³.

³⁾ Американский галлон воды — 3,78 л.

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. ПОДГОТОВЛЕН И ВНЕСЕН НПО «Синтез ПАВ»

2. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Комитета стандартизации и метрологии СССР от 29.12.91 № 2363

Настоящий стандарт подготовлен методом прямого применения международного стандарта ИСО 2174—90 «Вещества поверхностно-активные. Метод приготовления воды заданной кальциевой жесткости» и полностью ему соответствует

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Обозначение соответствующего международного стандарта	Номер раздела, пункта	
ГОСТ 1770—74	ИСО 1042—75	Разд. 1, 5	
ГОСТ 3760—79		Разд. 4	
ГОСТ 3773—72	ИСО 3697	4.1.2	
ГОСТ 4523—77		4.1.1	
ГОСТ 6709—72		Разд. 1	
ГОСТ 10652—73		Разд. 4	
ГОСТ 25336—82		Разд. 1, 5	
ГОСТ 29227—91		ИСО 1773—75	Разд. 1, 5
ГОСТ 29251—91		ИСО 835-1—81	Разд. 1, 5
ТУ 6—09—5169—84		ИСО 385-1—84	Разд. 1, 5
ТУ 6—09—5077—87			4.1.2
			Разд. 4

4. ПЕРЕИЗДАНИЕ. Май 2004 г.

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *Н.С. Гришанова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Сдано в набор 02.04.2004. Подписано в печать 01.06.2004. Усл. печ. л. 0,93. Уч.-издл. 0,50.
Тираж 61 экз. С 2451. Зак. 197.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
<http://www.standards.ru> e-mail: info@standards.ru
Набрано и отпечатано в ИПК Издательство стандартов