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

gost.e-ecolog.ru

УДК 661.185:006.354 Группа Л29

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 2409

Дата 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, обусловливающих 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/дм^3). 1 ммоль/дм^3 кальциевой жесткости соответствует содержанию 40,08 мг ионов кальция в 1 дм^3 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.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

© Издательство стандартов, 1992
© ИПК Издательство стандартов, 2004

3. СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Основной раствор приготовляют растворением соответствующего количества хлорида кальция в воде. Затем определяют в нем содержание кальция комплексонометрическим 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 ($CaCl_2 \cdot 2H_2O$) 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 $см^3$ раствора аммиака (ρ_{20} = 0,90 $г/см^3$) и 1 г цианида калия разбавляют водой до 100 $см^3$.

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 (Na_2 ЭДТА·$2H_2O$) = 0,05 моль/$дм^3$.

18,612 г динатриевой соли ЭДТА дигидрата растворяют в воде и разбавляют до 1 $дм^3$ в мерной колбе. 1 $см^3$ такого стабильного раствора эквивалентен 0,05 ммоль, т. е. 2,004 мг ионов кальция.

4.1. Смесь индикаторов

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

18,6 г динатриевой соли ЭДТА дигидрата растворяют в 75 $см^3$ очень горячей воды.

К полученному раствору добавляют 12,3 г сернокислого магния 7-водного по ГОСТ 4523, растворенного в 25 $см^3$ 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 магниево-натриевой соли ЭДТА ($MgNa_2$ ЭДТА) гексагидрата, затем измельчают до получения однородной смеси.

Смесь индикаторов хранят в стеклянной бутыли 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 магниево-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 $см^3$ и 1000 $см^3$ по ГОСТ 1770.

Пипетка вместимостью 25 и 50 $см^3$ по ГОСТ 29227.

Бутыль из темно-желтого стекла со стеклянной пробкой вместимостью 5 $дм^3$.

Колба коническая вместимостью 250 см^3 по ГОСТ 25336.
Бюретка вместимостью 50 см^3 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 дм^3 и хранят в бутыли.

Из полученного раствора, содержащего приблизительно 300 ммоль ионов кальция в 1 дм^3, можно приготовить воду требуемой жесткости.

6.2. Определение массовой доли кальция в основном растворе

Пипеткой берут 50 см^3 основного раствора, приготовленного по п. 6.1, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 и разбавляют водой до метки.

25 см^3 полученного раствора пипеткой переносят в коническую колбу. Раствор разбавляют 100 см^3 воды, добавляют 4 см^3 раствора аммиака цилиндром и 0,3 г смеси индикаторов (п. 4.1). Смесь нагревают приблизительно до 40 °С и титруют раствором Na_2 ЭДТА до зеленой окраски.

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

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

где V — объем раствора Na_2 ЭДТА, израсходованный на титрование, см^3;

0,05 — фактическая концентрация раствора, выраженная в моль/дм^3 Na_2 ЭДТА·2H_2O.

6.3. Приготовление воды заданной кальциевой жесткости

Объем основного раствора V_0, см^3, 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, см^3;

C_0 — жесткость основного раствора (п. 6.2) в см^3 ионов кальция на дм^3;

C_1 — требуемая жесткость раствора объемом V_1, в см^3 ионов кальция на дм^3.

Объем V_1 выбирают в соответствии с номинальной вместимостью мерной колбы с таким расчетом, чтобы V_0 был больше 10 и меньше 50 см^3. Бюретку наполняют основным раствором (п. 6.1).

Вычисленный объем V_0 основного раствора, измеренный с точностью до 0,1 см^3, переносят в мерную колбу вместимостью V_1 и доливают до метки водой.

ПРИЛОЖЕНИЕ
Справочное

ЕДИНИЦЫ ПЕРЕСЧЕТА ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Наименование единиц	Расшифрованное понятие	Обозначение	Коэффициенты пересчета						
			Ca^{2+}		CaO, °α	мг/кг[1]	$CaCO_3$		
			ммоль/дм³	мэкв/дм³			°C	°a	°f
Миллимоль на дециметр кубический	1 ммоль ионов кальция (Ca^{2+}) в 1 дм³ воды	ммоль/дм³	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 дм³ воды	мэкв/дм³	0,500	1	2,800	50	3,510	2,9250	5,00
1 немецкая единица жесткости	10 мг окиси кальция (CaO) на 1 дм³ 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 дм³ 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	°C	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	°a	0,171	0,342	0,958	17,1	1,200	1	1,71
Французский градус жесткости	1 моль (100 г) $CaCO_3$ в 10 м³ воды	°f	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		4.1.2
ГОСТ 4523—77		4.1.1
ГОСТ 6709—72	ИСО 3697	Разд. 1
ГОСТ 10652—73		Разд. 4
ГОСТ 25336—82	ИСО 1773—75	Разд. 1, 5
ГОСТ 29227—91	ИСО 835-1—81	Разд. 1, 5
ГОСТ 29251—91	ИСО 385-1—84	Разд. 1, 5
ТУ 6—09—5169—84		4.1.2
ТУ 6—09—5077—87		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.-изд.л. 0,50.
Тираж 61 экз. С 2451. Зак. 197.

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

gost.e-ecolog.ru