ГОСТ 4151—72

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ВОДА ПИТЬЕВАЯ

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

Издание официальное

ИПК ИЗДАТЕЛЬСТВО СТАНДАРТОВ
Москва

УДК 663.61:543.32:006.354 Группа Н09

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 ПИТЬЕВАЯ

Метод определения общей жесткости

Drinking water.
Method for determination of total hardness content

ГОСТ 4151—72

Дата введения 01.01.74

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает комплексонометрический метод определения общей жесткости.

Метод основан на образовании прочного комплексного соединения трилона Б с ионами кальция и магния.

Определение проводят титрованием пробы трилоном Б при pH 10 в присутствии индикатора.

1. МЕТОДЫ ОТБОРА ПРОБ

1.1. Пробы воды отбирают по ГОСТ 2874* и ГОСТ 24481**.

1.2. Объем пробы воды для определения общей жесткости должен быть не менее 250 см^3.

1.3. Если определение жесткости не может быть проведено в день отбора пробы, то отмеренный объем воды, разбавленный дистиллированной водой 1:1, допускается оставлять для определения до следующего дня.

Пробы воды, предназначенные для определения общей жесткости, не консервируют.

2. АППАРАТУРА, МАТЕРИАЛЫ И РЕАКТИВЫ

Посуда мерная лабораторная стеклянная по ГОСТ 1770 вместимостью: пипетки 10, 25, 50 и 100 см^3 без делений; бюретка 25 см^3.

Колбы конические по ГОСТ 25336 вместимостью 250—300 см^3.

Капельница по ГОСТ 25336.

Трилон Б (комплексон III, двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) по ГОСТ 10652.

Аммоний хлористый по ГОСТ 3773.

Аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.

Гидроксиламин солянокислый по ГОСТ 5456.

Кислота соляная по ГОСТ 3118.

Натрий сернистый (сульфид натрия) по ГОСТ 2053.

Натрий хлористый по ГОСТ 4233.

Спирт этиловый ректификованный по ГОСТ 5962***.

Цинк металлический гранулированный.

---

* На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51232—98.

** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51593—2000.

*** На территории Российской Федерации действует ГОСТ Р 51652—2000.

Издание официальное **Перепечатка воспрещена**

★

© ИПК Издательство стандартов, 2002

Магний сернокислый — фиксанал.

Хромоген черный специальный ЕТ-00 (индикатор).

Хром темно-синий кислотный (индикатор).

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации чистые для анализа (ч. д. а.).

3. ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

3.1. Дистиллированная вода, перегнанная дважды в стеклянном приборе, используется для разбавления проб воды.

3.2. Приготовление 0,05 н. раствора трилона Б

9,31 г трилона Б растворяют в дистиллированной воде и доводят до 1 $дм^3$. Если раствор мутный, то его фильтруют. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев.

3.3. Приготовление буферного раствора

10 г хлористого аммония (NH_4Cl) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 50 $см^3$ 25 %-ного раствора аммиака и доводят до 500 $см^3$ дистиллированной водой. Во избежание потери аммиака раствор следует хранить в плотно закрытой склянке.

3.4. Приготовление индикаторов

0,5 г индикатора растворяют в 20 $см^3$ буферного раствора и доводят до 100 $см^3$ этиловым спиртом. Раствор индикатора хрома темно-синего может сохраняться длительное время без изменения. Раствор индикатора хромогена черного устойчив в течение 10 сут. Допускается пользоваться сухим индикатором. Для этого 0,25 г индикатора смешивают с 50 г сухого хлористого натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

3.5. Приготовление раствора сернистого натрия

5 г сернистого натрия $Na_2S{\cdot}9H_2O$ или 3,7 г $Na_2S{\cdot}5H_2O$ растворяют в 100 $см^3$ дистиллированной воды. Раствор хранят в склянке с резиновой пробкой.

3.6. Приготовление раствора солянокислого гидроксиламина

1 г солянокислого гидроксиламина $NH_2OH{\cdot}HCl$ растворяют в дистиллированной воде и доводят до 100 $см^3$.

3.7. Приготовление 0,1 н. раствора хлористого цинка

Точную навеску гранулированного цинка 3,269 г растворяют в 30 $см^3$ соляной кислоты, разбавленной 1:1. Затем доводят объем в мерной колбе дистиллированной водой до 1 $дм^3$. Получают точный 0,1 н. раствор. Разведением этого раствора вдвое получают 0,05 н. раствор. Если навеска неточная (больше или меньше чем 3,269), то рассчитывают количество кубических сантиметров исходного раствора цинка для приготовления точного 0,05 н. раствора, который должен содержать 1,6345 г цинка в 1 $дм^3$.

3.8. Приготовление 0,05 н. раствора сернокислого магния

Раствор готовят из фиксанала, прилагаемого к набору реактивов для определения жесткости воды и рассчитанного на приготовление 1 $дм^3$ 0,01 н. раствора. Для получения 0,05 н. раствора содержимое ампулы растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 200 $см^3$.

3.9. Установка поправочного коэффициента к нормальности раствора трилона Б

В коническую колбу вносят 10 $см^3$ 0,05 н. раствора хлористого цинка или 10 $см^3$ 0,05 н. раствора сернокислого магния и разбавляют дистиллированной водой до 100 $см^3$. Прибавляют 5 $см^3$ буферного раствора, 5—7 капель индикатора и титруют при сильном взбалтывании раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке. Окраска должна быть синей с фиолетовым оттенком при прибавлении индикатора хрома темно-синего и синей с зеленоватым оттенком при прибавлении индикатора хромогена черного.

Титрование следует проводить на фоне контрольной пробы, которой может быть слегка перетитрованная проба.

Поправочный коэффициент (K) к нормальности раствора трилона Б вычисляют по формуле

$$K = \frac{10}{v},$$

где v — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, $см^3$.

4. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА

4.1. Определению общей жесткости воды мешают: медь, цинк, марганец и высокое содержание углекислых и двууглекислых солей. Влияние мешающих веществ устраняется в ходе анализа.

Погрешность при титровании 100 см^3 пробы составляет 0,05 моль/м^3.

В коническую колбу вносят 100 см^3 отфильтрованной испытуемой воды или меньший объем, разбавленный до 100 см^3 дистиллированной водой. При этом суммарное количество вещества эквивалента ионов кальция и магния во взятом объеме не должно превышать 0,5 моль. Затем прибавляют 5 см^3 буферного раствора, 5—7 капель индикатора или приблизительно 0,1 г сухой смеси индикатора хромогена черного с сухим хлористым натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком).

Если на титрование было израсходовано больше 10 см^3 0,05 н. раствора трилона Б, то это указывает, что в отмеренном объеме воды суммарное количество вещества эквивалента ионов кальция и магния больше 0,5 моль. В таких случаях следует определение повторить, взяв меньший объем воды и разбавив его до 100 см^3 дистиллированной водой.

Нечеткое изменение окраски в эквивалентной точке указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения влияния мешающих веществ к отмеренной для титрования пробе воды прибавляют 1—2 см^3 раствора сульфида натрия, после чего проводят испытание, как указано выше.

Если после прибавления к отмеренному объему воды буферного раствора и индикатора титруемый раствор постепенно обесцвечивается, приобретая серый цвет, что указывает на присутствие марганца, то в этом случае к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов следует прибавить пять капель 1 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина и далее определять жесткость, как указано выше.

Если титрование приобретает крайне затяжной характер с неустойчивой и нечеткой окраской в эквивалентной точке, что наблюдается при высокой щелочности воды, ее влияние устраняется прибавлением к пробе воды, отобранной для титрования, до внесения реактивов 0,1 н. раствора соляной кислоты в количестве, необходимом для нейтрализации щелочности воды, с последующим кипячением или продуванием раствора воздухом в течение 5 мин. После этого прибавляют буферный раствор, индикатор и далее определяют жесткость, как указано выше.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

5. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ

5.1. Общую жесткость воды (X), моль/м^3, вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot 0{,}05 \cdot K \cdot 1000}{V},$$

где v — количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см^3;

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

V — объем воды, взятый для определения, см^3.

Расхождение между повторными определениями не должно превышать 2 отн. %.

(Измененная редакция, Изм. № 1).

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

1. УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Постановлением Государственного комитета стандартов Совета Министров СССР от 09.10.72 № 1855

2. ВЗАМЕН ГОСТ 4151—48

3. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела	Обозначение НТД, на который дана ссылка	Номер пункта, раздела
ГОСТ 1770—74	2	ГОСТ 4233—77	2
ГОСТ 2053—77	2	ГОСТ 5456—79	2
ГОСТ 2874—82	1.1	ГОСТ 5962—67	2
ГОСТ 3118—77	2	ГОСТ 10652—73	2
ГОСТ 3760—79	2	ГОСТ 24481—80	1.1
ГОСТ 3773—72	2	ГОСТ 25336—82	2

4. Ограничение срока действия снято Постановлением Госстандарта СССР от 25.12.91 № 2120

5. ИЗДАНИЕ (сентябрь 2002 г.) с Изменением № 1, утвержденным в июне 1988 г. (ИУС 11—88)

Редактор *Л.В. Афанасенко*
Технический редактор *О.Н. Власова*
Корректор *М.В. Бучная*
Компьютерная верстка *Е.Н. Мартемьяновой*

Изд. лиц. № 02354 от 14.07.2000. Подписано в печать 24.10.2002. Усл. печ. л. 0,93.
Уч.-изд. л. 0,40. Тираж 114 экз. С 7852. Зак. 927.

ИПК Издательство стандартов, 107076 Москва, Колодезный пер., 14.
http://www.standards.ru e-mail: info@standards.ru
Набрано в Издательстве на ПЭВМ
Филиал ИПК Издательство стандартов — тип. «Московский печатник», 105062 Москва, Лялин пер., 6.
Плр № 080102