

Тест-комплект по определению общей, некарбонатной постоянной и карбонатной временной жёсткости воды СТ-ТИТР Жёсткость

Инструкция по измерению

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231
Ангарск (3955)60-70-56
Архангельск (8182)63-90-72
Астрахань (8512)99-46-04
Барнаул (3852)73-04-60
Белгород (4722)40-23-64
Благовещенск (4162)22-76-07
Брянск (4832)59-03-52
Владивосток (423)249-28-31
Владикавказ (8672)28-90-48
Владимир (4922)49-43-18
Волгоград (844)278-03-48
Вологда (8172)26-41-59
Воронеж (473)204-51-73
Екатеринбург (343)384-55-89
Иваново (4932)77-34-06
Ижевск (3412)26-03-58
Иркутск (395)279-98-46
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81
Калуга (4842)92-23-67
Кемерово (3842)65-04-62
Киров (8332)68-02-04
Коломна (4966)23-41-49
Кострома (4942)77-07-48
Краснодар (861)203-40-90
Красноярск (391)204-63-61
Курск (4712)77-13-04
Курган (3522)50-90-47
Липецк (4742)52-20-81
Магнитогорск (3519)55-03-13
Москва (495)268-04-70
Мурманск (8152)59-64-93
Набережные Челны (8552)20-53-41
Нижний Новгород (831)429-08-12
Новокузнецк (3843)20-46-81
Новыйрск (3496)41-32-12
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40
Орел (4862)44-53-42
Оренбург (3532)37-68-04
Пенза (8412)22-31-16
Петрозаводск (8142)55-98-37
Псков (8112)59-10-37
Пермь (342)205-81-47
Ростов-на-Дону (863)308-18-15
Рязань (4912)46-61-64
Самара (846)206-03-16
Саранск (8342)22-96-24
Санкт-Петербург (812)309-46-40
Саратов (845)249-38-78
Севастополь (8692)22-31-93
Симферополь (3652)67-13-56
Смоленск (4812)29-41-54
Сочи (862)225-72-31
Ставрополь (8652)20-65-13
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17
Тамбов (4752)50-40-97
Тверь (4822)63-31-35
Тольятти (8482)63-91-07
Томск (3822)98-41-53
Тула (4872)33-79-87
Тюмень (3452)66-21-18
Ульяновск (8422)24-23-59
Улан-Удэ (3012)59-97-51
Уфа (347)229-48-12
Хабаровск (4212)92-98-04
Челябинск (351)202-03-61
Череповец (8202)49-02-64
Чита (3022)38-34-83
Якутск (4112)23-90-97
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>

ВВЕДЕНИЕ

(используются выдержки из РД 52.24.395-2007)

Жёсткость - свойство воды, обусловленное присутствием в ней растворенных солей щелочноземельных металлов (преимущественно кальция и магния). Различают жёсткость кальциевую и магниевую, связанную с присутствием в воде соответственно ионов кальция и магния. Суммарное содержание ионов этих металлов в воде называется общей жёсткостью.

Общая жёсткость подразделяется на карбонатную, обусловленную присутствием в воде гидрокарбонатов и карбонатов кальция и магния, и некарбонатную, обусловленную наличием кальциевых и магниевых солей сильных кислот.

Карбонатную жёсткость также называют временной (устранимой), а некарбонатную - постоянной. Гидрокарбонаты кальция и магния при длительном кипячении воды разлагаются с выделением диоксида углерода и выпадающих в осадок карбонатов кальция и магния, жёсткость воды при этом уменьшается

Жёсткость, оставшаяся после кипячения воды в течение определенного времени, достаточного для полного разложения гидрокарбонатов и удаления диоксида углерода (обычно 1 - 1,5 ч), называется постоянной жёсткостью. Постоянная жесткость является важной характеристикой качества воды, используемой для технических целей. Она преимущественно зависит от содержания ионов кальция и магния, которые после кипячения уравниваются сульфатами и хлоридами. Эту часть постоянной жесткости, называемую также остаточной жесткостью, можно найти по разности между общей жёсткостью и концентрацией гидрокарбонатов, выраженной в миллимолях на кубический дециметр. Однако кроме остаточной жесткости в воде после кипячения остается небольшое количество ионов кальция и магния, обусловленное растворимостью карбоната кальция и гидроксида магния. Эта часть постоянной жёсткости называется неустранимой жесткостью. Поскольку растворимость карбоната кальция и гидроксида магния в присутствии ионов кальция и магния в растворе весьма незначительна, обычно некарбонатную (остаточную) жёсткость отождествляют с постоянной жесткостью. Способ расчета постоянной жёсткости и составляющих ее остаточной и неустранимой жёсткости на основе результатов определения компонентов солевого состава воды приведен в «Руководстве по химическому анализу вод суши». Л.: Гидрометеиздат. 1973.

Ранее в нормативных документах жёсткость воды выражали в миллимолях количества вещества эквивалентов (КВЭ) Ca^{2+} и Mg^{2+} , содержащихся в 1 дм^3 воды (ммоль/ дм^3 КВЭ или мг-экв/л или мг-экв/ дм^3). В настоящее время, согласно ГОСТ 31865-2012 «Вода. Единица жёсткости», жёсткость воды выражают в градусах жёсткости ($^{\circ}\text{Ж}$). Градус жёсткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, численно равной $\frac{1}{2}$ его моля, выраженной в мг/ дм^3 . Таким образом 1 $^{\circ}\text{Ж}$ соответствует концентрации Ca^{2+} 20,04 мг/ дм^3 или концентрации Mg^{2+} 12,15 мг/ дм^3 .

Общая жёсткость поверхностных вод колеблется в основном от единиц до десятков $^{\circ}\text{Ж}$, причем карбонатная жёсткость часто составляет 70 - 80 % от общей жёсткости. Она подвержена заметным сезонным колебаниям, достигая обычно наибольшего значения в конце зимы и наименьшего в период паводка. Жёсткость подземных вод более постоянна.

Высокая жёсткость оказывает отрицательное влияние на свойства воды используемой в промышленности и для хозяйственно-бытовых целей. Жёсткие требования в отношении величины жёсткости предъявляются к воде, питающей паросиловые установки, поскольку в присутствии сульфатов и карбонатов кальция и магний образуют прочную накипь, уменьшающую теплопроводность металла и приводящую к перерасходу топлива и перегреву котлов. Для устранения жёсткости применяют различные способы - осаждение труднорастворимых солей кальция и магния химическим или термическим путем, умягчение с помощью ионитов.

Высокая жесткость, особенно, обусловленная превышением солей магния, ухудшает органолептические свойства воды, придавая ей горьковатый вкус и оказывая отрицательное воздействие на органы пищеварения.

Вода с жёсткостью менее 4°Ж характеризуется как мягкая; от 4 до 8°Ж - средней жёсткости; от 8 до 12°Ж - жёсткая; более 12°Ж - очень жёсткая.

Предельно допустимая величина жёсткости в питьевых водах 7°Ж, но в некоторых случаях допускается использовать для питьевых целей воду с жесткостью 10°Ж.

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Жёсткость» предназначен для определения общей, некарбонатной (постоянной) и карбонатной (временной) жёсткости воды титриметрическим методом с трилоном Б по **ГОСТ 31954-2012, РД 52.24.395-2007** и **ПНД Ф 14.1:2.98-97** на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1074-01, СанПиН 2.1.4.1116-02** и др. НД. Распространяется на природные (поверхностные и подземные) воды, в том числе воды источников питьевого водоснабжения, на питьевую воду, в том числе расфасованную в емкости, а также на очищенную сточную воду.

Диапазон измеряемых значений общей жесткости 0,5 - 14,0°Ж.

Погрешность $\pm 15 \%$.

Область применения: лабораторный анализ, экспресс-анализ в полевых условиях.

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на образовании комплексных соединений трилона Б с ионами щелочноземельных элементов. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б при $\text{pH} = 10$ в присутствии индикатора. Для титрования используют пипетку Пастера. Конечную точку титрования определяют по изменению окраски индикатора эриохрома черного Т от красной до голубой. Расчет жёсткости выполняют по количеству капель титранта, пошедших на титрование.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Если жёсткость анализируемой пробы превышает верхнюю границу диапазона измерений, то допускается разбавление пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы жёсткость соответствовала регламентированному диапазону. При расчете результата необходимо умножить измеренную для разбавленной пробы жёсткость на коэффициент разбавления.

Присутствие в воде более 10 мг/дм³ ионов железа; более 0,05 мг/дм³ каждого из ионов меди, кадмия, кобальта, свинца; свыше 0,1 мг/дм³ каждого из ионов марганца (II), алюминия, цинка, кобальта, никеля, олова, а также повышенная цветность и мутность вызывают при титровании нечеткое изменение окраски в точке эквивалентности и приводят к завышению результатов определения жесткости.

Уменьшение влияния марганца, железа, алюминия и меди достигается добавлением к пробе раствора гидроксиламина гидрохлорида, входящего в состав данного тест-комплекта.

Мутность (взвешенные вещества) пробы устраняют фильтрованием.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «ЖЁСТКОСТЬ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 Раствор гидроксиламина солянокислого 1 %	Флакон с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)
Реагент № 2 Аммиачный буферный раствор рН 10	Флакон с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)
Реагент № 3 Смесь индикатора эриохрома чёрного Т с хлоридом натрия	Пластиковая виала с навеской 0,025 г (50 шт.)	Пластиковая виала с навеской 0,025 г (100 шт.)
Реагент № 4 (титрант) Раствор трилона Б 0,05 Н	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (2 шт.)

- Шприц 20 см³ для отбора пробы (1 шт.)
- стакан пластиковый 50 см³ (1 шт.)
- Пипетка Пастера 3 см³ (2 шт.)
- Палочка для перемешивания (1 шт.)

ПРИМЕЧАНИЕ По требованию доукомплектовывается индикаторной бумагой для контроля величины рН, растворами для нейтрализации анализируемой воды, воронкой и фильтровальной бумагой для отделения взвешенных и коллоидных веществ.

5 УСЛОВИЯ ХРАНЕНИЯ И ТРАНСПОРТИРОВАНИЯ

Тест-комплект следует хранить в сухом темном месте при температуре от 0 до 20 С; транспортировать при температуре не ниже минус 5°С.

Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

6 ОТБОР ПРОБЫ

Процедура отбора проб воды регламентируется требованиями ГОСТ Р 56237-2014, ГОСТ 31861-2012 и др.

Для отбора пробы воды можно использовать входящий в тест-комплект шприц.

При наличии в воде взвешенных и коллоидных веществ пробу предварительно отфильтровать.

7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЁСТКОСТИ

7.1 Выбор объёма аликвоты пробы

Объём аликвоты пробы (V_n) воды выбирают исходя из предполагаемой величины жёсткости или по результатам оценочного титрования в соответствии с таблицей:

Предполагаемая жёсткость воды (Ж), оЖ	Объём аликвоты пробы воды (V_n), см ³	Количество капель титранта (N)
0,5 ... 1,0	50	10 ... 20
1,0 ... 3,0	20	8 ... 24
3,0 ... 7,0	10	12 ... 28
7,0 ... 14,0	5	14 ... 28

В случае затруднения с выбором объёма аликвоты пробы рекомендуется взять для титрования 10 см³ пробы, так как большинство типов вод имеет среднюю жёсткость (4...8°Ж).

7.2 Обработка пробы

Отмерьте цилиндром требуемый объём пробы (V_n) и перенесите в пластиковый стакан.

В стакан с пробой внесите реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 0,5 см³
- **Реагент № 2** – 0,5 см³
- **Реагент № 3** – содержимое виалы

После внесения каждого реагента раствор перемешать палочкой или при помощи магнитной мешалки.

7.3 Титрование пробы

Наполните пипетку Пастера **Реагентом № 4** (титрантом). Выполните титрование пробы при постоянном перемешивании (с помощью палочки, магнитной мешалки или круговыми движениями стакана), добавляя титрант по каплям и считая их. Титрование считается окончанным, когда окраска раствора изменится с красной на голубую. Перед появлением голубой окраски раствор может приобрести фиолетовый оттенок. В этом случае добавьте ещё одну каплю титранта для появления голубой окраски. Выждите 30 секунд. Если голубая окраска исчезнет, добавьте ещё одну каплю титранта для появления устойчивого голубого цвета. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование (N).

Оставшийся в пипетке раствор вылейте обратно во флакон.

ВНИМАНИЕ!

Избегайте перетитрования пробы. После появления устойчивой голубой окраски добавление титранта следует прекратить.

Если значение N выходит за границы диапазона, указанного в таблице для выбранного объёма аликвоты пробы, повторите титрование, взяв для анализа другой объём аликвоты

пробы. Например, если на титрование 10 см³ пробы (по таблице 1: диапазон 3,0 – 7,0 °Ж / 12 – 28 капель) пошло менее 12 капель, то титрование следует повторить, взяв 20 см³ пробы (диапазон 1,0 – 3,0 °Ж), если больше 28 капель – 5 см³ пробы (диапазон 7,0 – 14,0 °Ж).

7.4 Расчет общей жёсткости

Рассчитайте общую жёсткость $J_{общ}$, °Ж по формуле (1):

$$J_{общ} = \frac{N \cdot V_K \cdot 0,05 \cdot 1000}{V_{\Pi}}, \quad (1)$$

где N – количество капель титранта, пошедших на титрование;
 V_K – объём одной капли титранта¹, равный 0,05 см³;
0,05 – нормальность титранта (раствора трилона Б), моль/дм³;
1000 – коэффициент пересчета;
 V_{Π} – объём аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см³.

8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ НЕКАРБОНАТНОЙ (ПОСТОЯННОЙ) ЖЁСТКОСТИ

Определение некарбонатной (постоянной) жёсткости выполняют после удаления временной жёсткости кипячением пробы воды.

Для этого кипятите анализируемую воду в течение 1 - 1,5 ч (в зависимости от концентрации гидрокарбонатов), медленно охладите до комнатной температуры, профильтруйте и доведите до первоначального объёма дистиллированной водой.

Далее отберите для титрования объём аликвоты пробы по п. 7.1, обработайте по п. 7.2 и проведите титрование по п. 7.3.

Рассчитайте некарбонатную (постоянную) жёсткость $J_{некарб}$, °Ж по формуле (1).

9 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КАРБОНАТНОЙ (ВРЕМЕННОЙ) ЖЁСТКОСТИ

Рассчитайте карбонатную (временную) жёсткость $J_{карб}$, °Ж по формуле (2).

$$J_{карб} = J_{общ} - J_{некарб} \quad (2).$$

ПРИМЕЧАНИЕ Общая жёсткость ($J_{общ}$), массовая концентрация ионов кальция (C_{Ca} , мг/дм³) и массовая концентрация ионов магния (C_{Mg} , мг/дм³) связаны уравнением:

$$J_{общ} = \frac{C_{Ca}}{20,4} + \frac{C_{Mg}}{12,15}$$

¹ Значение объёма одной капли титранта, равное 0,05 см³, является усреднённым. Для уточнения значения объёма капли рекомендуется выполнить калибровку пипетки Пастера. Для этого в мерный цилиндр вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,2 см³ внесите пипеткой 100 капель титранта и зафиксируйте объём раствора в цилиндре. Рассчитайте значение объёма одной капли титранта делением объёма раствора в цилиндре на 100. Повторите операцию три раза и найдите среднее значение.

Таким образом, зная значения общей жёсткости и массовой концентрации иона кальция, можно рассчитать значение массовой концентрации иона магния $C_{Mg^{2+}}$, мг/дм³:

$$C_{Mg} = 12,15 \left(J_{общ} - \frac{C_{Ca}}{20,4} \right)$$

По вопросам продаж и поддержки обращайтесь:

Алматы (7273)495-231
Ангарск (3955)60-70-56
Архангельск (8182)63-90-72
Астрахань (8512)99-46-04
Барнаул (3852)73-04-60
Белгород (4722)40-23-64
Благовещенск (4162)22-76-07
Брянск (4832)59-03-52
Владивосток (423)249-28-31
Владикавказ (8672)28-90-48
Владимир (4922)49-43-18
Волгоград (844)278-03-48
Вологда (8172)26-41-59
Воронеж (473)204-51-73
Екатеринбург (343)384-55-89
Иваново (4932)77-34-06
Ижевск (3412)26-03-58
Иркутск (395)279-98-46
Казань (843)206-01-48

Калининград (4012)72-03-81
Калуга (4842)92-23-67
Кемерово (3842)65-04-62
Киров (8332)68-02-04
Коломна (4966)23-41-49
Кострома (4942)77-07-48
Краснодар (861)203-40-90
Красноярск (391)204-63-61
Курск (4712)77-13-04
Курган (3522)50-90-47
Липецк (4742)52-20-81
Магнитогорск (3519)55-03-13
Москва (495)268-04-70
Мурманск (8152)59-64-93
Набережные Челны (8552)20-53-41
Нижний Новгород (831)429-08-12
Новокузнецк (3843)20-46-81
Новыйрск (3496)41-32-12
Новосибирск (383)227-86-73

Омск (3812)21-46-40
Орел (4862)44-53-42
Оренбург (3532)37-68-04
Пенза (8412)22-31-16
Петрозаводск (8142)55-98-37
Псков (8112)59-10-37
Пермь (342)205-81-47
Ростов-на-Дону (863)308-18-15
Рязань (4912)46-61-64
Самара (846)206-03-16
Саранск (8342)22-96-24
Санкт-Петербург (812)309-46-40
Саратов (845)249-38-78
Севастополь (8692)22-31-93
Симферополь (3652)67-13-56
Смоленск (4812)29-41-54
Сочи (862)225-72-31
Ставрополь (8652)20-65-13
Сургут (3462)77-98-35

Сыктывкар (8212)25-95-17
Тамбов (4752)50-40-97
Тверь (4822)63-31-35
Тольятти (8482)63-91-07
Томск (3822)98-41-53
Тула (4872)33-79-87
Тюмень (3452)66-21-18
Ульяновск (8422)24-23-59
Улан-Удэ (3012)59-97-51
Уфа (347)229-48-12
Хабаровск (4212)92-98-04
Чебоксары (8352)28-53-07
Челябинск (351)202-03-61
Череповец (8202)49-02-64
Чита (3022)38-34-83
Якутск (4112)23-90-97
Ярославль (4852)69-52-93

Россия +7(495)268-04-70

Казахстан +7(7172)727-132

Киргизия +996(312)96-26-47

exa@nt-rt.ru || <https://econix.nt-rt.ru/>