СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**ЖЕСТКОСТЬ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

Оглавление

[ЖЕСТКОСТЬ 3](#_Toc332379322)

[КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ 4](#_Toc332379323)

[РАСЧЕТ КАРБОНАТНОЙ И НЕКАРБОНАТНОЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ 7](#_Toc332379324)

# ЖЕСТКОСТЬ

Общая жесткость воды показывает концентрацию катионов двухвалентных щелочноземельных металлов, прежде всего кальция и магния. Эти элементы в природных условиях попадают в воду вследствие воздействия углекислоты на карбонатные минералы или в результате биохимических процессов, происходящих в увлажненных слоях почвы. Жесткость природных вод может изменяться при проведении процессов водоподготовки и очистки сточных .вод.

Количество кальция и магния, а эквивалентное количеству карбонатов и гидрокарбонатов, называется карбонатной жесткостью. Некарбонатная жесткость определяется как разность между общей и карбонатной жесткостью и показывает количество катионов щелочноземельных металлов, соответствующее минеральных кислот: хлорид-, сульфит-, нитрат-ионам и др«

Общую жесткость определяют в питьевых, подземных и поверхностных водах, а в особых случаях также и в сточных водах. Ниже приводятся комплексометрический метод определения общей жесткости вод всех видов и потенциометрическое определении с ИСЭ в поверхностных водах.

|  |
| --- |
| Пересчёт жёсткости воды 1/ |
| Единицы жёсткости | Мг-экв/л2/ | оН/10 мг СаО/л/ | оФ/10 мг СаСО3/л | оА/1 грамм СаСО3/1галлон | 1 ppm/1 мг СаСО3/кг |
| 1 мг-экв/л | 1 | 2,8 | 5 | 3,5 | 50 |
| 1 оН/немецкий/ | 0,357 | 1 | 1,79 | 1,25 | 17,9 |
| 1 оФ/Франзузкий/ | 0,2 | 0,56 | 1 | 0,7 | 10 |
| 1 оА/Английский/ | 0,286 | 0,8 | 1,43 | 1 | 14,3 |
| 1ppm | 0,02 | 0,56 | 0,1 | 0,07 | 1 |

1/ Приведённые данные относятся к воде с плотностью, равнойединице или близкой к единице.

2/ 1 мг-экв/л=0,5 мол/л

# КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧЕСКИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В водной среде зтилендиаминтетраацетат натрия образует при рН 10 прочные комплексные соединения сначала с ионами кальция, затем с ионами магния. Когда в анализируемую воду вводят эриохром черный Т, он образует с ионами магния вишнево-красное комплексное соединение. При последующем титровании комплексоном Ш последний, соединяясь с ионами кальция и затем с ионами магния, вытесняет индикатор, который в свободной норме имеет синюю окраску. Определение будет правильным, если титруемый раствор имеет рН 10 + 0„2 и содержит достаточное количество ионов магния.

Мешающие влияния

Если в сосуде с пробой в промежуток времени между ее взятием и обработкой выделился карбонат кальция, пробу следует обработать способом, описанным для устранения этого явления в разделе определения кальция.

Неявный переход окраски индикатора происходит вследствие недостаточного разбавления пробы /высокой концентрации определяемых компонентов/ или присутствия металлов, комплексные соединения которых с применяемым индикатором более прочны, чем с комплексоном Ш. Определению мешает присутствие алюминия /более 10 мг/л/, железа /более 5 мг/л/, кобальта /более 0,1 мг/л/, меди /более 0,05 мг/л/ и марганца /Ш/ /более 0,05 мг/л/. Другие катионы, например свинец, кадмий, двухвалентный марганец, цинк, барий и стронций, титруется вместе с кальцием и магнием и повышают этим расход раствора комплексона.

Для устранения мешающих влияний при комдлексоно-метрическои титровании и маскировки тех катионов, которые связывают применяемый индикатор и ей повышает расход реактива, применяют смесь триэтаноламина, гидроксиламина, цианида и сульфида калия: к 100 мл пробы прибавляют 0,1 мл/л раствор HCI до нейтральной реакции, добавляют 10 мл 30%-ного раствора тризтаноламина, 0,1 г твердого KCN , 0,1 г. твердого гидроксиламингидрохлорида и пять капель 10%-ного раствора сульфида калия. Затем добавляют буферной раствор и продолжают анализ, как описано в ходе определения.

Двуокись углероде в высоких концентрациях мешает определению, так как после прибавления буферного раствора и в ходе дальнейшего титрования выделяется карбонаты, которые в конце титровании только постепенно растворяются. В таких случаях рекомендуется подкислить пробу и прокипятить до удаления СО,

Нерастворенные и коллоидные вещества, присутствуют в больших количествах, препятствуют определению. При анализе обычных проб воды достаточно провести фильтрование, при анализе сильно загрязненных природных или сточных вод следует определенное количество отфильтрованной пробы выпарить досуха и удалить органические вещества прокаливанием. Сильнокислые и сильнощелочные пробы перед определением нейтрализуют.

Р е а к т и в ы

Аммиак + хлорид аммония, буферный раствор, рН 10.

Основной буферный раствор. 54,0 г хлорида аммония ч.д.а. растворяют в 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 350 мл концентрированного раствора аммиака ч.д.а. Смесь доводят до 500 мл дистиллированной водой.

Раствор сульфата магния. 1,232 г MgSO4 7н2о ч.д.а. растворяют в 80 мл дистиллированной воды и доводят до 100 мл /0,05 мол/л раствор/. К 50 мл приготовленного таким образом раствора сульфата магния, разбавленного приблизительно до 100 мл, прибавляют 5,0 мл основного буферного раствора и щепотку смеси индикатора эриохрома черного Т. Титруют 0,05 мол/л раствором комплексона до изменения окраски от фиолетовой до интенсивно-синей.

Рабочий буферный раствор. К 50 мл раствора сульфата магния, в котором магний определен комплексонометрически, прибавляют точно десятикратное количество 0,06 мол/л раствора комплексона Ш по сравнению с израсходованным во время предшествующего титрования. Полученный раствор разбавляют приблизительно до 250 мл, прибавляют оставлялся часть /т.е приблизительно 496 мл/ основного буферного растворе и полученную смесь доводят до 1 л дистиллированной водой.

Концентрацию приготовленного раствора проверяют следующим образом: к 100 мл дистиллированной воды прибавляют точно отмеренные пипеткой 10,0 мл рабочего буферного раствора и щепочку смеси эриохрома черного Т. При этом должно появиться грязно-сине-фиолетовое окраску, которое после прибавления одной капли 0,05 мол/л раствора комплексона Ш должно перейти в чисто-синюю окраску. Если потребуется большой объем раствора комплексона Ш, на Каждые 10 мл буферного раствора прибавляют найденный объем комплексопа за вычетом 0,03 мл. Если после прибавления индикатора возникло синее окрашивание, титруют 10 мл рабочего буферного Раствора 0,05 мол/л раствори сульфата магния до появления сине-фиолетового окрашивания. Проведя аналогичный расчет, прибавит соответствующее количество раствора сульфаты магния к общему объему буферного раствора. 3атем ещё раз проводят проверку. При тщательном приготовлении буферного раствора результат такой проверки оказывает, как правило, удовлетворительным, поэтому соответствующей добавкой комплексона или сульфита магния можно пренебречь.

Эриохром черный Т. Смешивают 0,5 греактива со 100 г хлорида натрия ч.д.а. и полученную смесь хорошо перемешивают.

Комплексов Ш, 0,06 мол/л раствор/ приготовление см. "Кальций"/.

Cоляная кислота ч.д.а. 0,1 мол/л раствор /приготовление см. "Кислотность"/.

Смешанный индикатор /приготовление см. "Щелочность"/

Ход определения

К 100 мл пробы воды общей :жесткостью 1-10 мг-экв/л или к другому объёму, доведенному до 100 мл. дистиллированной водой, после добавления требуемого объема 0,1 мол/л раствора соляной кислоты для устранения, щелочность прибавляют 10 мл рабочего буферного раствора, что в результате жесткость оказалась в указанных пределах. Затем раствор тщательно перемешивают и прибавляют сухую смесь индикатора в количестве необходимое для перевода окраски раствора в вишнёво-фиолетовую. Далее титруют 0,05 мол/л титрованным раствором комплексона Ш. до переходе первоначальной окраски в ярко-синюю. Изменение окраски индикатора должно быть резким. При неясном переходе окраски определение повторяют методом, описанным в разделе "Метающие влияния", или исходят наменьшего объема пробы, разбавив ее до 100-150 мл.

Расчет

Общую жесткость /л/ в мг-экв/л вычисляют по формуле



где а - объем 0,05 мол/л раствора комплексона, израсходованного на титрование, в мл;

к - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора комплексона Ш к точно 0,05 мол/л;

8 - число грамм-эквивалентов жесткости, соответствующее 1 молю комплексона Ш;

V - объем пробы, взятой для определения, в мл.

Округление результатов

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапазон в мг-экв/л | 0,05-1,00 | 1,00-2,00 | 2,00-5,00 | 5,00-10,00 |
| Округление в мг-экв/л | 0,02 | 0,05 | 0,1 | 0,2 |

# РАСЧЕТ КАРБОНАТНОЙ И НЕКАРБОНАТНОЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Для вычисления карбонатной жёсткости используют результаты определения щёлочности. В пробах, которые содержат большие количества катионов в щелочных металлов и в которых часть гидрокарбонатных и карбонатных ионов связаны с этими металлами величина, вычисления по щёлочности, не соответствует карбонатной жесткости . В этих случаях определяют только общую жёсткость.

При анализе вод, щелочность которых вызвана не только НСО3 и СО -ионами, но и анионами других слабодислоцированныхкислот результате расчета будет ошибка, пропорциональная концентрации этих веществ.

Карбонатная жесткость /в мг-экв/л/ равна m; карбонатная жесткость /в °Н/ равна m 8,8 /где m - общая щёлочности в мг-экв/л/

Некарбонатная жесткость равна разнице между общей жесткостью и карбонатной жесткостью.

Округление результатов

Результаты определения карбонатной и некарбонатной жесткости.округляют так же? как и при комплексонометрическом определение общей жесткости.