****

**ЗАДАНИЕ**

1. Определить общую жесткость воды по предложенной методике
2. Приготовить:

* Раствор Трилона Б, объём 0,25 дм3
* Буферный раствор, объём 0,1 дм3

**Комплексонометрический метод определения общей жёсткости воды по ГОСТ 31954-2012**

**1 Сущность метода**

Метод основан на образовании комплексных соединений трилона Б с ионами щелочноземельных элементов. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б при рН = 10 в присутствии индикатора. Наименьшая определяемая жесткость воды - 0,1°Ж.

**2 Средства измерения, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы**

Государственный (межгосударственный) стандартный образец (ГСО) состава жесткости (общей жесткости) воды с относительной погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности Р = 0,95 не более ±1,5%.

Весы лабораторные\*\* с наибольшим пределом взвешивания 220 г, обеспечивающие точность взвешивания с пределом допускаемой абсолютной погрешности не более ±0,75 мг.

Колбы мерные по ГОСТ 1770 2-го класса точности.

Пипетки градуированные по ГОСТ 29227 2-го класса точности или пипетки с одной отметкой по ГОСТ 29169 2-го класса точности.

Бюретки по ГОСТ 29251 2-го класса точности вместимостью 25 см3

Мерные цилиндры (мензурки) по ГОСТ 1770.

Колбы плоскодонные или конические по ГОСТ 25336.

Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

Стаканы химические термостойкие по ГОСТ 25336.

Вода дистиллированная по ГОСТ 6709 и (или) бидистиллированная (вода дистиллированная, перегнанная повторно в стеклянных емкостях).

ГСО состава водного раствора ионов магния с относительной погрешностью аттестованного значения при доверительной вероятности Р = 0,95 не более ±1,0% или стандарт-титр (фиксанал) сульфата (сернокислого) магния.

Индикатор эриохром черный Т (хромогеновый черный ЕТ) или хромовый темно-синий кислотный (кислотный хромовый синий Т).

Аммония хлорид по ГОСТ 3773, ч.д.а.

Аммиак водный по ГОСТ 3760 (25%-ный), х.ч.

**3 Установление коэффициента поправки к концентрации раствора трилона Б**

3.1 Приготовление растворов

Раствор трилона Б концентрации 0,025 моль/дм3

Раствор трилона Б концентрации 0,025 моль/дм3 готовят следующий образом. 9,31 г трилона Б помещают и мерную колбу вместимостью 1дм3, растворяют в теплой воде (40-60оС), доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают.

Буферный раствор pH=(10±0,1)

Для приготовления 500 см3 буферного раствора в мерную колбу вместимостью 500 см3 помещают 10 г хлорида аммония, добавляют 100 см3 дистиллированной воды для его растворения и 50 см3 25%-ного водного аммиака, тщательно перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой.

3.2 Установка коэффициента поправки

Коэффициент поправки для раствора Трилона Б молярной концентрации С(ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3 определяют следующим образом: 10,00см3 раствора 7-водного сернокислого магния молярной концентрации точно 0,05 моль/дм3 помещают в коническую колбу, прибавляют 5,00 см3 буферного раствора и добавляют воду до общего объема 100 см3. К раствору прибавляют от 0,05 г до 0,1 г индикаторной смеси эриохрома чёрного Т. Раствор перемешивают и титруют до перехода окраски из винно-красной в синюю.

3.3 Коэффициент поправки для раствора Трилона Б молярной концентрации С (ди-Na-ЭДТА)=0,025 моль/дм3  Коэффициент поправки вычисляют исходя из зависимости между точными концентрациями и объемами растворов.

За результат принимается среднее арифметическое трёх параллельных определений.

Коэффициент поправки титрованных растворов должен быть в пределах 1,0000±0,0300.

**4 Порядок проведения определений**

4.1 Выполняют два определения, для чего пробу анализируемой воды делят на две части.

4..2 В колбу вместимостью 250 см3 помещают первую часть аликвоты пробы анализируемой воды объемом 100,00 см3, 5,00 см3 буферного раствора, от 0,05 г до 0,1 г сухой смеси индикатора и титруют раствором трилона Б, как описано в 3.3.

4. 3 Вторую часть аликвоты пробы объемом 100,00 см3 помещают в колбу вместимостью 250 см3, добавляют 5,00 см3 буферного раствора, от 0,05 г до 0,1 г сухой смеси индикатора, добавляют раствор трилона Б, которого берут на 0,5 см3 меньше, чем пошло на первое титрование, быстро и тщательно перемешивают и титруют (дотитровывают), как описано в 3.3.

**5 Обработка результатов определения**

5.1 Жесткость воды Ж, °Ж, рассчитывают по формуле

, (2)

где М - коэффициент пересчета, равный 2СТР,

где СТР - концентрация раствора трилона Б, моль/м3 (ммоль/дм3), (как правило М-50);

F - множитель разбавления исходной пробы воды при консервировании (как правило F = 1);

K - коэффициент поправки к концентрации раствора трилона Б, рассчитанный по формуле (1);

VТР - объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, см3;

VПР - объем пробы воды, взятой для анализа, см3.

5.2 За результат измерения принимают среднеарифметическое значение результатов двух определений. Приемлемость результатов определений оценивают исходя из условия:

|Ж1-Ж2|≤r, (3)

где r - предел повторяемости (см. таблицу 1);

Ж1 и Ж2 - результаты определений °Ж.

Если расхождение между двумя результатами превышает установленное значение, то определение жесткости воды повторяют.

**Таблица 1**

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| Диапазон измерений жесткости Ж, °Ж | Показатель точности (границы\* интервала, в котором погрешность находится с доверительной вероятностью Р = 0,95),  ±Δ, °Ж | Предел повторяемости r, °Ж | Предел воспроизводимости R, °Ж |
| От 0,1 до 0,4 включ. | 0,05 | 0,05 | 0,07 |
| Св. 0,4 | 0,15·Ж | 0,1·Ж | 0,21·Ж |

**6.1 Оформление результатов**

Результаты измерений регистрируют в протоколе (отчете) по ГОСТ ИСО/МЭК 17025. В протоколе указывают применяемый в лаборатории метод по настоящему стандарту.

Результат измерений может быть представлен в виде:

(Ж±Δ), (4)

где Ж - значение жесткости воды, °Ж;

Δ- границы интервала, в котором погрешность определения жесткости воды находится с доверительной вероятностью Р = 0,95 (см. таблицу 1).