

MT

# 中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 206—1995

## 煤矿水硬度的测定方法

1995-11-06发布

1996-03-01实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

## 中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 206—1995

## 煤矿水硬度的测定方法

代替 MT 206-89

## 1 主题内容与适用范围

本标准规定了乙二胺四乙酸二钠(EDTA)络合滴定法测定水中钙、镁总硬度。

本标准适用于煤矿水中钙、镁总硬度的测定。

2 方法提要

在 pH 值为 10 的氨性溶液中,用铬黑 T 作指示剂,用 EDTA 标准溶液络合滴定钙、镁离子含量,计算钙、镁离子所构成的总硬度。

### 3 试剂

- 3.1 水:蒸馏水。

3.2 盐酸溶液:用盐酸(GB/T 622)配制成(1+2)溶液。

3.3 氨水溶液:用氨水(GB/T 631)配制成(1+4)溶液。

3.4 硫化钠溶液:称取5g硫化钠( $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ )溶于100mL水中,贮于有严密橡皮塞的玻璃瓶中与空气隔绝。

3.5 氨性缓冲溶液:称取67.50g氯化铵(GB/T 658)溶于570mL氨水(GB/T 631)中,再加入5.0g EDTA二钠镁盐( $\text{C}_{10}\text{H}_{12}\text{N}_2\text{O}_8\text{Na}_2\text{Mg}$ ),用水稀释至1000mL,混匀,贮于聚乙烯瓶中。

3.6 EDTA标准溶液: $c(1/2\text{EDTA})=0.0200\text{ mol/L}$ ,称取3.725gEDTA(GB/T 1401)溶于水中,稀释至1000mL,混匀,贮于聚乙烯瓶中。应定期检查其浓度。

EDTA 标准溶液的标定:用移液管吸取 20 mL 钙标准溶液(3.7),移入 250 mL 锥形瓶中,用水稀释至约 50 mL,按 5.2 条的步骤标定 3 份。取其用量的算术平均值,并按式(1)计算 EDTA 标准溶液浓度:

式中： $c_1$ —EDTA 标准溶液的浓度，mol/L；

$\bar{V}$ —EDTA 标准溶液用量的算术平均值, mL。

- 3.7 钙标准溶液: $c(1/2\text{CaCO}_3)=0.0200\text{ mol/L}$ ,称取 $1.0010\pm0.0002\text{ g}$ ,已在约 $150^\circ\text{C}$ 干燥 $2\text{ h}$ ,并在干燥器中冷却至室温的优级纯碳酸钙,置于 $500\text{ mL}$ 锥形瓶中,用少量水润湿。滴加盐酸溶液(3.2)至碳酸钙完全溶解(切勿加入过量酸),加入 $200\text{ mL}$ 水,煮沸 $3\sim5\text{ min}$ 驱尽二氧化碳。冷却至室温后加 $3\sim5$ 滴甲基红指示剂溶液(3.9),用氨水溶液(3.3)中和至橙色,定量转移溶液到 $1000\text{ mL}$ 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

- 3.8 镁标准溶液: $c(1/2\text{MgO})=0.0200 \text{ mol/L}$ ,称取  $0.4032 \pm 0.0002 \text{ g}$ ,已在约  $820^\circ\text{C}$  灼烧  $1 \text{ h}$ ,并在干燥器中冷却至室温的光谱纯氧化镁,置于  $250 \text{ mL}$  锥形瓶中,用少量水润湿,滴加盐酸溶液(3.2)至氧化镁完全溶解(切勿加入过量的酸),加入  $50 \text{ mL}$  水,然后定量转移溶液到  $1000 \text{ mL}$  容量瓶中,用水稀

释至刻度，摇匀。

3.9 甲基红指示剂溶液:称取 0.1 g 甲基红(HG/T 3958),溶于 60 mL、95%乙醇(GB/T 679)中,加入 40 mL 水,混匀。

3.10 铬黑 T 指示剂:称取 0.5 g 铬黑 T 和 25 g 氯化钾(GB/T 646)混合研细,贮于有磨口塞的玻璃瓶中。

### 3.11 刚果红试纸。

#### 4 仪器

#### 4.1 分析天平: 感量 0.1 mg。

4.2 滴定管:25 mL, 最小分度值 0.1 mL。

4.3 移液管:20 mL,准确度 $\pm 0.04$  mL。

50 mL, 准确度为±0.08 mL。

4.4 刻度吸管:5 mL, 最小分度值 0.05 mL

## 5 测定步骤

5.1 用移液管吸取 50 mL 已用玻璃纤维滤器过滤、除去悬浮物的水样，移入 250 mL 锥形瓶中，放入 1 小块刚果红试纸，滴加盐酸溶液(3.2)至试纸刚变成蓝紫色(对于碱度大于 300 mg(CaCO<sub>3</sub>)/L 的水样，应煮沸 1~2 min，并冷却至室温)。

5.2 加入 4 mL 缓冲溶液(3.5)和约 0.05 g 铬黑 T 指示剂(3.10),用 EDTA 标准溶液(3.6)滴定至溶液由紫红色变为蓝色即为终点。记下用量。

如果缓冲溶液中未配入 EDTA 二钠镁盐，则标定 EDTA 标准溶液（见 3.6 条）和滴定不含镁离子的水样时终点不明显，应使用 5 mL 刻度吸管，加入 2.00 mL 镁标准溶液（3.8）至被滴定溶液中，并用已加入 2.00 mL 镁标准溶液的 50 mL 水作为空白。被滴定溶液消耗的滴定液用量扣除空白后，再进行计算。

5.3 若水中含有干扰离子，使滴定终点不明显，则应加入 1.0 mL 硫化钠溶液(3.4)。

5.4 当滴定液用量少于 4.5 mL 时,应改用较多试验水样滴定,并按比例增加缓冲溶液(3.5)的体积;用量大于 20 mL 时,应改用较少试验水样滴定,并加水使初始滴定体积为 50 mL。

## 6 测定结果的表述

水中钙、镁总硬度按式(2)计算：

$$TH = \frac{1000c_1V_1 \times 50.04}{V_2} \quad \dots \dots \dots \quad (2)$$

式中：TH——水中钙、镁总硬度(以  $\text{CaCO}_3$  计), mg/L;

$c_1$ —EDTA 标准溶液的浓度, mol/L;

$V_1$ —滴定试验水样消耗的 EDTA 标准溶液体积, mL;

$V_2$ —试验水样的体积, mL;

50.04——碳酸钙( $\frac{1}{2}\text{CaCO}_3$ )的摩尔质量,g/mol。

如果已测得水中钙离子含量，则镁离子的含量可按式(3)计算：