ICS 13.060.50

SR ISO 6059

Decembrie 2008

STANDARD ROMAN

Calitatea apei
Determinarea sumei de calciu şi magneziu
Metoda titrimetrică cu EDTA

IDT ISO 6059:1984

Water quality. Determination of the sum of calcium and magnesium. EDTA titrimetric method

Qualité de l'eau. Dosage de la somme du calcium et du magneésium. Méthode titrimétrique à l'EDTA

APROBARE

Aprobat de Directorul General al ASRO la 10 decembrie 2008
Standardul internațional ISO 6059:1984 are statutul unui standard român

CORESPONDENȚĂ

Acest standard este identic cu standardul internațional ISO 6059:1984

This standard is identical with the International Standard ISO 6059:1984

La présente norme est identique à la Norme internationale ISO 6059:1984

ASOCIATIA DE STANDARDIZARE DIN ROMÂNIA (ASRO)
Adresa postala: str. Mendeleev 21-25, 010362, Bucuresti
Directia generala: Tel. +40 21 211 32 96, Fax +40 21 210 08 33
Directia Standardizare: Tel. +40 21 310 43 08, +40 21 310 43 09, +40 21 312 47 44, Fax +40 21 315 58 70
Directia Publicatii - Serv. Vânzari/Abonamente: Tel. +40 21 212 77 25, +40 21 212 79 20,
+40 21 312 94 88, +40 21 312 94 89, Fax +40 21 210 25 14, +40 21 212 76 20

© ASRO Reproducerea sau utilizarea integrală sau parțială a prezentului standard în orice publicații şi prin orice procedeu (electronic, mecanic, fotocopiere, microfilmare etc.) este interzisă dacă nu există acordul scris al ASRO

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Preambul național

Acest standard reprezintă versiunea română a textului în limba engleză a standardului internațional ISO 6059:1984.

Corespondența dintre standardele internaționale la care se face referire şi standardele române este următoarea:

ISO 385/1	-	-
ISO 5667-1:2006	IDT	SR EN ISO 5667-1:2007 Calitatea apei. Prelevare. Partea 1: Ghid general pentru stabilirea programelor şi a tehnicilor de prelevare (Corespunde EN ISO 5667-1:2006 care a adoptat ISO 5667-1:2006)
ISO 5667-2	-	-
ISO 5667-3:2003	IDT	SR EN ISO 5667-3:2004 Calitatea apei. Prelevare. Partea 3: Ghid pentru conservarea şi manipularea probelor de apă (Corespunde EN ISO 5667-3:2003 care a adoptat ISO 5667-3:2003)

Standardul internațional ISO 385/1:1984 a fost înlocuit cu ISO 385:2005, care a fost adoptat ca EN ISO 385:2005, respectiv ca standard român SR EN ISO 385:2005.

Pentru aplicarea acestui standard se utilizează standardele internaționale la care se face referință (respectiv standardele române identice cu acestea).

Simbolurile gradelor de echivalență (IDT - identic, MOD - modificat, NEQ - neechivalent), conform SR 10000-8.

Cuvintele „standard internațional” trebuie citite „standard român”.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Versiunea în limba română

Calitatea apei
Determinarea sumei de calciu şi magneziu
Metoda titrimetrică cu EDTA

Preambul

ISO (Organizația Internațională de Standardizare) este o federație mondială de organisme naționale de standardizare (comitete membre ale ISO). Elaborarea standardelor internaționale este, în mod normal, încredințată comitetelor tehnice ale ISO. Fiecare comitet membru interesat într-o tematică pentru care a fost stabilit un comitet tehnic are dreptul să facă parte din acel comitet. Organizațiile internaționale, guvernamentale şi neguvernamentale, care întreţin legături cu ISO, participă de asemenea la lucrări.

Proiectele standardelor internaționale adoptate de comitetele tehnice sunt supuse votului comitetelor membre pentru aprobare înainte de acceptarea acestora ca standarde internaționale de Consiliul ISO

Standardul internațional ISO 6059 a fost elaborat de Comitetul Tehnic ISO/TC 147, *Calitatea Apei,* şi a fost supus votului comitetelor membre în ianuarie 1983.

A fost aprobat de comitetele membre ale următoarelor țări:

Australia	India	R. F. Germania
Austria	Iran	Rep. Dem. P. Coreea
Belgia	Iraq	Republica Coreea
Brazilia	Italia	România
Canada	Japonia	Spania
Cehoslovacia	Marea Britanie	Suedia
China	Norvegia	Tailanda
Danemarca	Noua Zeelandă	Ungaria
Elveția	Olanda	USSR
Finlanda	Polonia	
Franța	Republica Africa de Sud	

Nici un comitet membru nu a fost împotrivă.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

1 Obiect şi domeniu de aplicare

Acest standard internațional prezintă o metodă titrimetrică ce foloseşte acidul etillendiamintetraacetic (EDTA) pentru determinarea sumei concentrațiilor de calciu şi magneziu în apele subterane, apele de suprafață şi apele potabile.

Metoda nu se aplică efluenților şi apelor care au o concentrație mare de săruri, cum ar fi apele marine. Cea mai scăzută concentrație care poate fi determinată este 0,05 mmol/l.

2 Referințe normative

ISO 385/1, *Laboratory glassware - Burettes - Part 1: General requirements*.[1)]

ISO 5667, *Water quality - Sampling -*
Part 1: Guidance on the design of sampling programmes.

Part 2: Guidance on sampling techniques.

Part 3: Guidance on the preservation and handling of samples.[2)]

3 Principiu

Titrarea complexometrică a calciului şi magneziului cu o soluție apoasă de sare disodică a EDTA la pH 10. Se foloseşte ca indicator Negru mordant 11, care formează o culoare roşu intens sau violet în prezența ionilor de calciu şi magneziu.

În timpul titrării, EDTA reacționează mai întâi cu ionii liberi de calciu şi magneziu din soluție, iar apoi, la punctul de echivalență, cu acei ioni de calciu şi magneziu care se combină cu indicatorul, eliberând indicatorul şi determinând modificarea culorii de la roşu intens sau violet la albastru.

Rezultatele sunt exprimate în unități de concentrație de masă. Dacă conținutul de calciu a fost determinat separat, poate fi calculată concentrația masică a magneziului.

4 Reactivi

În timpul analizei se folosesc numai reactivi de calitate analitică recunoscută şi numai apă distilată sau apă de puritate echivalentă.

4.1 Soluție tampon

Se dizolvă 67,5 g clorură de amoniu (NH_4Cl) în 570 ml soluție amoniacală [25% (*m/m*); ρ_{20} = 0,910 g/ml]. Se adaugă apoi 5,0 g sare disodică de magneziu a EDTA ($C_{10}H_{12}N_2O_8Na_2Mg$) şi se aduce la 1000 ml cu apă.

Se păstrează soluția în recipient de polietilenă (valabilitate limitată). Se diluează 10 ml soluție la 100 ml cu apă. Daca această soluție nu are pH-ul 10 ± 0,1, se aruncă soluția inițială.

[1)] În prezent în fază de proiect. (Revizie parțială a ISO/R 385-1964.)
[2)] În prezent în fază de proiect.

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

4.2 EDTA, soluție volumetrică *c*(Na_2EDTA) ≈ 10 mmol/l.

4.2.1 Preparare

Se usucă timp de 2 h la 80 (C o cantitate de EDTA, sare disodică dihidrat ($C_{10}H_{14}N_2O_8Na_2 \cdot 2H_2O$), se dizolvă 3,725 g din sarea uscată în apă şi se aduce la semn la 1000 ml într-un balon cotat.

Soluția de EDTA se păstrează într-un recipient de polietilenă şi concentrația se verifică periodic.

4.2.2 Verificare

Soluția (4.2.1) se verifică cu o soluție etalon de referință de calciu (4.3) conform specificației de la articolul 7.

Pentru verificare se utilizează 20,0 ml soluție etalon de referință de calciu (4.3) şi se diluează la 50 ml cu apă.

4.2.3 Calcul concentrație

Concentrația soluției de EDTA c_1, exprimată în milimol per litru, este dată de ecuația

$$c_1 = \frac{c_2 V_1}{V_2}$$

în care

c_2 concentrația soluției etalon de referință de calciu (4.3), exprimată în milimol per litru;

V_1 volumul soluției etalon de referință de calciu (4.3), în militri;

V_2 volumul soluției de EDTA utilizat la titrare, în mililitri.

4.3 Calciu, soluție etalon de referință, *c*($CaCO_3$)= 10 mmol/l.

Se usucă o cantitate de carbonat de calciu timp de 2 h la 150 °C şi se lasă să se răcească la temperatura camerei într-un exsicator.

Se introduce o cantitate de 1,001 g într-un pahar conic de 500 ml şi se umezeşte cu apă. Se adaugă picătură cu picătură acid clorhidric 4 mol/l până când se dizolvă tot carbonatul. Se evită adăugarea unui exces de acid. Se adaugă 200 ml apă şi se fierbe soluția câteva minute pentru eliminarea dioxidului de carbon. Se răceşte la temperatura camerei şi se adaugă câteva picături de indicator roşu de metil. Se adaugă o soluție amoniacală 3 mol/l până când soluția devine portocalie. Se transferă cantitativ soluția într-un balon cotat de 1000 ml şi se aduce la semn cu apă distilată.

1 ml soluție conține 0,400 8 mg (0,01 mmol) calciu.

NOTĂ – Se pot utiliza soluții disponibile comercial.

4.4 Mordant negru 11, indicator.

Se dizolvă 0,5 g mordant negru 11, sare de sodiu a acidului [1-(1-hidroxi-2-naftilazo)-6-nitro-2-naftol-4-sulfonic] ($C_{20}H_{12}N_3O_7SNa$), în 100 ml trietanolamina [$(HOCH_2CH_2)_3N$]. Se pot adăuga până la 25 ml etanol în loc de trietanolamină pentru a reduce vâscozitatea soluției.

NOTĂ – Pentru a facilita detectarea punctului final, indicatorul poate fi modificat prin adăugarea a 0,17 g sare de metanil (sare sodică a acidului 4-anilido-azobenzen-sulfonic). Culoarea se va modifica acum din roşu în gri pal sau verde.

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

5 Aparatura

Aparatură obişnuită de laborator şi

Biuretă, capacitate 25 ml, cu diviziuni de 0,05 ml, conform cerințelor din ISO 385/1, clasa A sau echipament echivalent.

6 Prelevare şi probe

Probele trebuie prelevate conform părților corespunzătoare ale ISO 5667.

7 Mod de lucru

7.1 Pregătire probă de analizat

Probele nu necesită pretratare, cu excepția acelor probe care conțin cantități mari de materii în suspensie, care ar trebui filtrate printr-un filtru cu dimensiunea porilor de 0,45 µm, cât mai repede posibil după prelevare. Dacă se realizează filtrarea, există riscul ca o parte din calciu şi magneziu să fie înlăturată.

Se diluează probele de analizat care au un conținut total de calciu şi magneziu de peste 3,6 mmol/l până când aceste elemente ajung sub această concentrație şi se înregistrează factorul de diluție *F*.

Dacă probele de analizat au fost acidulate pentru conservare, se neutralizează cu cantitățile calculate de soluție de hidroxid de sodiu 2 mol/l. La calculul rezultatelor, se iau în considerare toate diluțiile probei sau a probei de analizat, cu acid sau hidroxid.

7.2 Determinare

7.2.1 Se transferă cu o pipetă 50,0 ml probă de analizat într-un pahar conic de 250 ml. Se adaugă 4 ml soluție tampon (4.1) şi 3 picături indicator mordant negru 11 (4.4). Culoarea soluției ar trebui să devină acum roşu intens sau violet iar pH-ul acesteia ar trebui să fie 10,0 ± 0,1.

Se titrează imediat, se adaugă soluție EDTA (4.2) dintr-o biuretă (articolul 5) sub agitare continuă. Titrarea se efectuează rapid la început şi mai lent spre sfârşit. Se adaugă soluție EDTA până când culoarea soluției începe să se modifice din roşu intens sau violet în albastru. Punctul final se atinge când a dispărut ultima umbră de roşu. Culoarea nu ar trebui să se mai schimbe la adăugarea unei picături suplimentare de soluție EDTA

7.2.2 Se titrează o probă de analizat suplimentară în următorul mod.

Se transferă 50,0 ml soluție de analizat într-un balon. Se adaugă o cantitate de soluție EDTA care este cu 0,5 ml mai puțin decât cea consumată la prima titrare (7.2.1). Se adaugă 4 ml soluție tampon (4.1) şi 3 picături mordant negru 11 indicator(4.4). Se adaugă EDTA cu picătura până se atinge punctul final.

7.2.3 În cazul în care consumul de soluție EDTA este mai mic de 4,5 ml, se titrează folosind o probă de analizat mai mare şi se măreşte proporțional volumul de soluție tampon (4.1). .

În cazul în care consumul de soluție EDTA depăşeşte 20 ml, se titrează folosind o probă de analizat mai mică. Se adaugă apă astfel ca volumul de pornire să fie 50 ml.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

8 Exprimare rezultate

Suma conținutului de calciu şi magneziu, c_{Ca+Mg},exprimată în milimol per litru, este dată de ecuația:

$$c_{Ca+Mg} = \frac{c_1 V_3}{V_0}$$

în care

c_1 este concentrația soluției EDTA, exprimată în milimol per litru;

V_0 este volumul, probei de analizat, în mililitri (în general 50 ml);

V_3 este volumul EDTA folosit in titrare (a se vedea 7.2.2), în mililitri.

Dacă proba de analizat utilizată a fost diluată, calculul se modifică în consecință, folosind factorul de diluție *F*.

Pentru calculul durității, a se vedea anexa.

9 Fidelitate

Repetabilitatea procedurii este ± 0,04 mmol/l, corespunzător pentru aproximativ 2 picături de soluție EDTA.

10 Interferențe

AVERTISMENT – Cianura de sodiu este o otravă. Trebuie luate măsurile de precauție necesare la manipularea şi eliminarea acestui reactiv. Soluțiile care conțin cianură de sodiu nu trebuie acidulate.

Ionii metalici de aluminiu, bariu, plumb, fier, cobalt, cupru, mangan, staniu şi zinc interferă la determinare, fie pentru că sunt titrați ca şi calciu şi magneziu, fie pentru că pot provoca o mascare a culorii la viraj. Ionii de ortofosfat şi carbonat pot precipita calciul la pH-ul de titrare. De asemenea unele materii organice pot interfera cu determinarea.

Interferența fierului la concentrații mai mici sau egale cu 10 mg/l, poate fi îndepărtată prin adăugarea a 250 mg cianura de sodiu în proba de analizat. Cianura reduce şi interferența zincului, cuprului şi cobaltului. Se asigură că soluția este alcalină înainte de adăugarea cianurii de sodiu.

Dacă interferențele nu pot fi eliminate, se utilizează o metodă de absorbție atomică. O metodă adecvată va fi subiectul unui viitor standard internațional.

11 Raport de încercare

Raportul de încercare trebuie să conțină următoarele informații:

a) o referire la acest standard internațional;
b) identificarea completă a probei;
c) rezultatul, se exprimă în milimol per litru cu o exactitate de 0,02 mmol/l;
d) pregătirea probelor de analizat (dacă este necesar);
e) toate modificările aduse modului de lucru specificat în acest standard internațional, sau orice alte circumstanțe susceptibile să afecteze rezultatele.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Bibliografie

[1] AMERICAN PUBLIC HEALTH ASSOCIATION, AMERICAN WATERWORKS ASSOCIATION, WATER POLLUTION CONTROL FEDERATION, JOINT EDITORIAL BOARD. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 15th ed., Denver, Colorado, USA, 1980, p. 185.

[2] SCHWARZENBACH, G. and FLASCHKA, H. Complexometric Titrations, 2nd ed., New York, Barnes & Noble, 1969.

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Anexă

Concepte referitoare la duritatea apei

(Aceasta anexa nu face parte din standard.)

A.0 Introducere

Duritatea apei este un concept vechi folosit pentru a descrie conținutul de calciu şi magneziu din ape. Există diferite tipuri de duritate (duritate totală, duritate datorată carbonaților şi altele) şi diferite țări au adoptat definiții diferite ale conceptului. Câteva definiții sunt prezentate în A.1, ca exemple.

A.1 Definiții

A.1.1 duritate totală: concentrația totală de calciu şi magneziu.

A.1.2 duritate datorată carbonaților: parte din duritatea totală, echivalentă conținutului de carbonat sau hidrogenoacrbonat din apa.

A.2 Scară de duritate

A.2.1 Grade germane de duritate

1 grad german de duritate (1^0 DH) este duritatea care corespunde unui conținut în oxid de calciu de 10 mg/l sau ca valoare a concentrației masice de 0,178 mmol/l.

NOTA – Gradele germane de duritate nu se mai folosesc.

A.2.2 Grade britanice de duritate

1 grad britanic de duritate (1^0 Clark) este duritatea care corespunde unui conținut în carbonat de calciu de 1 granulă per galon imperial, adică 14,3 mg/l sau ca valoare a concentrației masice de 0,143 mmol/l.

A.2.3 Grade franceze de duritate

1 grad francez de duritate este duritatea care corespunde unui conținut în carbonat de calciu de 10 mg/l sau ca valoare a concentrației masice de 0,1 mmol/l.

A.2.4 Grade americane de duritate

În SUA duritatea este raportată în părți per milion (ppm) de carbonat de calciu sau miligrame de carbonat de calciu per litru. 1 mg/l de carbonat de calciu corespunde la o valoare de concentrație masică de 0,01 mmol/l.

A.3 Tabel de transformare

Pentru transformare valorilor durității poate fi util următorul tabel:

			Germania	**Marea Britanie**	**Franța**	**SUA**
		mmol/l	^{0}DH	^{0}Clark	grad F	ppm
	mmol/l	1	5,61	7,02	10	100
Germania	^{0}DH	0,178	1	1,25	1,78	17,8
Marea Britanie	^{0}Clark	0,143	0,80	1	1,43	14,3
Franta	grad F	0,1	0,56	0,70	1	10
SUA	ppm	0,01	0,056	0,070	0,1	1

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.

Standardul internațional ISO 6059:1984 a fost acceptat ca standard român de comitetul tehnic CT 52, *Calitatea apei.*

Membrii comitetului care au verificat versiunea română a standardului internațional ISO 6059:1984

Preşedinte	ICIM	dna	Mariana STĂNCIULESCU
Secretar	ICIM	dna	Mariana BADEA
Expert ASRO		dna	Mihaela BICHIR
Membri	INCD ECOIND	dna	Jana PETRE
	SC CEPIEM SA	dra	Mioara CONSTANTINESCU
	ISPB	dna	Mihaela VASILESCU

Versiunea română a acestui standard a fost elaborată de dna Anca Vasile.

Un standard român nu conține neapărat totalitatea prevederilor necesare pentru contractare. Utilizatorii standardului sunt răspunzători de aplicarea corectă a acestuia.

Este important ca utilizatorii standardelor române să se asigure că sunt în posesia ultimei ediții şi a tuturor modificărilor.

Informațiile referitoare la standardele române sunt publicate în *Catalogul Standardelor Române* şi în *Buletinul Standardizării*.'

Licență ASRO - ARAD ENERGY S.A., Factura 152460 - 24/11/2026

Pentru un singur utilizator. Copierea și distribuirea sunt strict interzise.