



ТЕСТ-КОМПЛЕКТ СТ-ТИТР
«ХЛОРИДЫ»

ИНСТРУКЦИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИДОВ В ВОДЕ

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Хлориды» предназначен для выполнения измерений массовой концентрации хлоридов в воде титриметрическим методом по ГОСТ 4245-72, РД 52.24.407-2006 и ПНД Ф 14.1:2.96-97 на соответствие требованиям СанПиН 2.1.4.1116-02, СанПиН 2.1.4.1074-01 и др. НД. Распространяется на природную, питьевую и очищенную сточную воду.

Диапазон измеряемых значений массовой концентрации хлоридов 15 – 500 мг/дм³.
Погрешность ± 15 %.

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

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на осаждении хлорид-ионов в виде трудно растворимого осадка хлорида серебра при прибавлении раствора нитрата серебра к анализируемой воде в нейтральной или слабощелочной среде в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую.

Титрование пробы проводят с использованием пипетки Пастера. Расчет массовой концентрации хлоридов выполняют по количеству капель титранта, пошедших на титрование исходной пробы и пробы со стандартной добавкой раствора хлорида натрия.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

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

При выполнении измерений в питьевых и природных водах мешающие влияния практически отсутствуют. При выполнении измерений в очищенных сточных водах определению мешают повышенная цветность и мутность, ионы железа (более 10 мг/дм³), ортофосфаты (более 25 мг/дм³), сульфиды (более 1 мг/дм³), сульфиты (более 50 мг/дм³), тиосульфаты (более 100 мг/дм³), цианиды (более 1 мг/дм³), тиоцианаты (более 2 мг/дм³), аммиак (более 5 мг/дм³), карбонаты (более 100 мг/дм³), а также бромиды и иодиды. Устранение мешающих влияний выполняют по п. 10 ПНД Ф 14.1:2.96-97 и п. 11.2.1 РД 52.24.407-2006.

Мутность (взвешенные вещества) пробы устраняют фильтрованием.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «ХЛОРИДЫ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 Раствор хромата калия 10 %	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (2 шт.)
Реагент № 2 (титрант) Раствор нитрата серебра 0,05 Н	Флакон с 60 см ³ раствора (2 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (4 шт.)
Реагент № 3 Раствор хлорида натрия 0,0375 моль/дм ³	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 (2 шт.)
- Пипетка Пастера 3 см³ (2 шт.)
- Палочка для перемешивания (1 шт.)

ПРИМЕЧАНИЕ По требованию доукомплектовывается индикаторной бумагой для контроля величины pH, 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 – 3 месяца.

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 МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ХЛОРИДОВ

7.1 Выбор объёма аликвоты пробы

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

Предполагаемая массовая концентрация хлоридов (СCl), мг/дм ³	Объём аликвоты пробы воды	Предполагаемая массовая концентрация хлоридов (СCl), мг/дм ³
15 – 35	50	9 – 20
35 – 100	20	8 – 23
100 – 250	10	11 – 28
250 – 500	5	14 – 28

В случае затруднения с выбором объёма аликвоты пробы рекомендуется взять для титрования 10 см³ пробы.

7.2 Обработка пробы

В каждый из двух пластиковых стаканов внесите отмеренный цилиндром требуемый объём пробы (V_n) и внесите по $0,5 \text{ см}^3$ **Реагента № 1**. Перемешайте растворы палочкой или при помощи магнитной мешалки.

Раствор в первом стакане будет использоваться для анализа, во втором – в качестве «свидетеля» для оценки изменения цвета раствора.

7.3 Титрование пробы

Наполните пипетку Пастера **Реагентом № 2 (титрантом)**. Выполните титрование пробы при постоянном перемешивании с помощью магнитной мешалки (перемешивание палочкой или круговыми движениями стакана нежелательно, так как не обеспечивает требуемой скорости), добавляя титрант по каплям и считая их.

В непосредственной близости от стакана с анализируемой пробой расположите стакан с раствором-«свидетелем».

При титровании вначале появляется белый осадок хлорида серебра. При приближении к конечной точке титрования кратковременно возникает оранжевая окраска, скорость исчезновения которой замедляется по мере титрования. Титрование считается окончанным, когда окраска раствора изменится с лимонно-жёлтой на устойчивую слабо оранжевую при добавлении одной капли титранта и будет незначительно отличаться от цвета раствора-«свидетеля».

Выждите 30 секунд. Если оранжевая окраска исчезнет, добавьте ещё одну каплю титранта для появления устойчивой оранжевой окраски. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование пробы (N_1).

Внимание! Избегайте перетитрования пробы. После появления устойчивой оранжевой окраски добавление титранта следует прекратить.

Если значение N_1 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 см^3 пробы (по таблице 1: диапазон $100 - 250 \text{ мг/дм}^3$ / $11 - 28$ капель) пошло менее 11 капель, то титрование следует повторить, взяв 20 см^3 пробы (диапазон $35 - 100 \text{ мг/дм}^3$), если больше 28 капель – 5 см^3 пробы (диапазон $250 - 500 \text{ мг/дм}^3$).

Далее внесите в оттитрованную пробу 1 см^3 **Реагента 3**. После перемешивания раствор вновь приобретёт исходную лимонно-жёлтую окраску. Выполните титрование полученного раствора до изменения окраски с лимонно-жёлтой на устойчивую слабо оранжевую при добавлении одной капли титранта, соблюдая те же условия, что и при титровании исходной пробы. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование пробы после внесения добавки (N_2).

Оставшийся в пипетке раствор титранта вылейте обратно во флакон.

7.4 Расчет массовой концентрации хлоридов

Рассчитайте массовую концентрацию хлоридов (C_{Cl}), мг/дм^3 по формуле:

$$C_{Cl} = 1329 \frac{N_1}{V_{II} \cdot N_2},$$

где N_1 – количество капель титранта, пошедших на титрование пробы;

N_2 – количество капель титранта, пошедших на титрование пробы после внесения стандартной добавки хлорида натрия;

V_{II} – объём аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см³.

Разработчик

ООО «Эконикс-Эксперт», Москва

(499) 600-23-45, ionomer@ionomer.ru