



ТЕСТ-КОМПЛЕКТ СТ-ТИТР  
«ЩЁЛОЧНОСТЬ»

ИНСТРУКЦИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ  
ЩЁЛОЧНОСТИ (СВОБОДНОЙ, ОБЩЕЙ) И МАССОВОЙ  
КОНЦЕНТРАЦИИ КАРБОНАТОВ И ГИДРОКАРБОНАТОВ  
В ВОДЕ

## ВВЕДЕНИЕ

*(используются выдержки из ГОСТ 31957-2012, РД 52.24.493-2006 и ПНД Ф 14.1:2.245-2007)*

Общая щёлочность характеризует общее содержание в воде анионов слабых органических и неорганических кислот и гидроксильных ионов, титруемых сильной кислотой. Щёлочность определяется количеством сильной кислоты, необходимой для замещения этих анионов.

В обычных водах данные анионы представлены главным образом гидрокарбонатами, карбонатами и гидроксильными ионами. Другие основания, способные вносить вклад в величину щёлочности, такие как фосфаты, силикаты, бораты, сульфиды, цианиды, ацетаты, пропионаты, аммоний, анионы гуминовых и других органических кислот, как правило, представлены в небольших концентрациях и ими можно пренебречь. Таким образом, щёлочность воды является функцией концентрации гидрокарбоната, карбоната и гидроксида.

В питьевых и незагрязненных природных водах щёлочность зависит только от гидрокарбонатов щелочных металлов. В этом случае значение  $pH < 8,3$ . Общая щёлочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию гидрокарбонатов.

Наличие растворимых карбонатов и гидроокисей повышает значение  $pH > 8,3$ . Та часть общей щёлочности, которая соответствует количеству кислоты, необходимой для понижения  $pH$  до 8,3, называется свободной щёлочностью. Количество кислоты, израсходованной для достижения  $pH = 8,3$  (оттитровываются гидроксид-ионы до воды и половина содержания карбонат-ионов до гидрокарбонатов), эквивалентно свободной щёлочности; количество необходимое для достижения  $pH = 4,5$  (оттитровываются гидроксид-ионы до воды, гидрокарбонат-ионы и карбонат-ионы до угольной кислоты) эквивалентно общей щёлочности. Если  $pH$  воды меньше 4,5, то ее щёлочность равна нулю.

Щёлочность является одной из важнейших характеристик поверхностных вод суши. По величине щёлочности судят о направленности геохимических и гидрохимических процессов, обуславливающих формирование химического состава вод, эрозии земной поверхности, образование осадочных пород и т.д.

Величина щёлочности используется для расчета компонентов карбонатного равновесия и баланса угольной кислоты, что необходимо при исследовании состояния водных экосистем. Величина щёлочности имеет большое значение при оценке пригодности воды для практических целей. В промышленности и строительстве от величины щёлочности зависит коррозия строительных материалов (бетона), выпадение карбонатной накипи в котлах, питающих паросиловые установки. В сельском хозяйстве величина щёлочности определяет возможность использования воды для орошения.

Концентрация гидрокарбонатов в поверхностных водах суши колеблется в широких пределах - от 10 - 20 мг/дм<sup>3</sup> до 400 - 500 мг/дм<sup>3</sup>. Она подвержена заметным сезонным изменениям, причем в маломинерализованных водах эти изменения коррелируют с изменением общей минерализации воды. Содержание карбонатов значительно ниже и редко превышает единицы миллиграммов в кубическом дециметре.

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Щёлочность» предназначен для выполнения измерений щёлочности (общей, свободной) и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов титриметрическим методом по **ГОСТ 31957-2012, РД 52.24.493-2006 и ПНД Ф 14.1:2.245-2007** на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1116-02** и др. НД.

Распространяется на питьевую воду, в том числе расфасованную в емкости (кроме газированной), природную воду (поверхностную и подземную), в том числе воду источников питьевого водоснабжения и очищенную сточную воду.

Диапазон измеряемых значений

- щёлочности 0,5 – 14,0 ммоль/дм<sup>3</sup>;
- массовой концентрации гидрокарбонатов 30,5 – 854 мг/дм<sup>3</sup>;
- массовой концентрации карбонатов 30 – 840 мг/дм<sup>3</sup>.

Погрешность ± 15 %.

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

## 2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на титровании пробы воды раствором соляной кислоты в присутствии индикаторов.

Для определения свободной щёлочности к пробе добавляют раствор индикатора фенолфталеина. Если раствор не окрашивается в розовый цвет, то свободную щёлочность анализируемой пробы воды принимают равной нулю. Пробу, окрашенную в розовый цвет, титруют раствором соляной кислоты до обесцвечивания (рН = 8,3).

Для определения общей щёлочности к исходной пробе воды добавляют раствор смешанного индикатора (метиловый красный + бромкрезоловый зеленый) и титруют раствором соляной кислоты до перехода сине-зелёной окраски в серую (рН = 4,5).

Расчет щёлочности выполняют по количеству капель титранта, пошедших на титрование.

Расчет массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов выполняют по найденным значениям свободной и общей щёлочности.

## 3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

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

Определению мешают повышенная мутность и свободный хлор (более 0,5 мг/дм<sup>3</sup>), затрудняющие фиксирование перехода окраски индикаторов. Свободный хлор перед титрованием устраняют путем добавления входящего в данный тест-комплект раствора тиосульфата натрия.

Мутность (взвешенные вещества) пробы устраняют фильтрованием.

## 4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «ЩЁЛОЧНОСТЬ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
<b>Реагент № 1</b> Раствор тиосульфата натрия 0,1 М	Флакон-капельница с 10 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)	Флакон-капельница с 20 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)
<b>Реагент № 2</b> Раствор индикатора фенолфталеина 5 г/дм <sup>3</sup> в 50 % этиловом спирте	Флакон-капельница с 5 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)	Флакон-капельница с 10 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)
<b>Реагент № 3</b> Раствор смеси индикаторов бромкрезолового зелёного 2 г/дм <sup>3</sup> и метилового красного 0,15 г/дм <sup>3</sup> в этиловом спирте	Флакон-капельница с 15 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)	Флакон-капельница с 30 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)
<b>Реагент № 4 (титрант)</b> Раствор соляной кислоты 0,05 Н	Флакон с 60 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см <sup>3</sup> раствора (2 шт.)

- Шприц 20 см<sup>3</sup> для отбора пробы (1 шт.)
- стакан пластиковый 50 см<sup>3</sup> (1 шт.)
- Пипетка Пастера 3 см<sup>3</sup> (2 шт.)
- Цилиндр пластиковый 25 см<sup>3</sup> (1шт.)
- Палочка для перемешивания (1 шт.)

**ПРИМЕЧАНИЕ** По требованию доукомплектовывается индикаторной бумагой для контроля величины рН, 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°C; транспортировать при температуре не ниже минус 5°C.

Вскрывать реагенты непосредственно перед анализом.

Срок годности – 6 месяцев.

## 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 СВОБОДНОЙ ЩЁЛОЧНОСТИ

Отмерьте цилиндром и перенесите в пластиковый стакан 50 см<sup>3</sup> пробы воды (два раза по 25 см<sup>3</sup>).

В стакан с пробой внесите реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 1 капля
- **Реагент № 2** – 1 капля

После внесения каждого реагента раствор перемешать палочкой или при помощи магнитной мешалки.

Если раствор не окрасился в розовый цвет, то свободную щелочность анализируемой пробы воды примите равной нулю и перейдите к определению общей щёлочности (п.8).

Если раствор окрасился в розовый цвет, наполните пипетку Пастера **Реагентом № 4** (титрантом) и выполните титрование пробы при постоянном перемешивании (с помощью палочки, магнитной мешалки или круговыми движениями стакана), добавляя титрант по каплям и считая их. Титрование считается оконченным, когда раствор обесцветится. Выждите 30 секунд. Если проявится розовая окраска, добавьте ещё одну каплю титранта до полного обесцвечивания. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование ( $N_{св}$ ).

### **ВНИМАНИЕ!**

Избегайте перетитрования пробы. После обесцвечивания раствора добавление титранта следует прекратить.

Оставшийся в пипетке раствор вылейте обратно во флакон.

Рассчитайте свободную щёлочность  $Щ_{св}$ , ммоль/дм<sup>3</sup> по формуле (1):

$$Щ_{св} = \frac{N_{св} \cdot V_K \cdot 0,05 \cdot 1000}{50} = N_{св} \cdot V_K, \quad (1)$$

где  $N_{св}$  – количество капель титранта, пошедших на титрование по фенолфталеину (до pH = 8,3);

$V_K$  – объём одной капли титранта<sup>1</sup>, равный 0,05 см<sup>3</sup>;

0,05 – нормальность титранта (раствора соляной кислоты), моль/дм<sup>3</sup>;

1000 – коэффициент пересчета;

50 – объём аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

*Рассчитайте значение объёма одной капли титранта делением объёма раствора в цилиндре на 100. Повторите операцию три раза и найдите среднее значение.*

## **8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЩЁЛОЧНОСТИ**

### **8.1 Выбор объёма аликвоты пробы**

Объём аликвоты пробы ( $V_n$ ) воды выбирают исходя из предполагаемой величины общей щёлочности или по результатам оценочного титрования в соответствии с таблицей.

<sup>1</sup> Значение объёма одной капли титранта, равное 0,05 см<sup>3</sup>, является усреднённым. Для уточнения значения объёма капли рекомендуется выполнить калибровку пипетки Пастера. Для этого в мерный цилиндр вместимостью 10 см<sup>3</sup> с ценой деления 0,2 см<sup>3</sup> внесите пипеткой 100 капель титранта и зафиксируйте объём раствора в цилиндре.

Предполагаемая общая щёлочность воды (Щ <sub>общ</sub> ), ммоль/дм <sup>3</sup>	Объем аликвоты пробы воды (V <sub>п</sub> ), см <sup>3</sup>	Количество капель титранта (N <sub>общ</sub> )
0,5 – 1,0	50	10 – 20
1,0 – 3,0	20	8 – 24
3,0 – 7,0	10	12 – 28
7,0 – 14,0	5	14 – 28

В случае затруднения с выбором объема аликвоты пробы рекомендуется взять для титрования 10 см<sup>3</sup> пробы.

## 8.2 Обработка пробы

Отмерьте цилиндром требуемый объем пробы (V<sub>п</sub>) и перенесите в пластиковый стакан.

В стакан с пробой внесите реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 1 капля
- **Реагент № 3** – 5 капель

После внесения каждого реагента раствор перемешать палочкой или при помощи магнитной мешалки.

## 8.3 Титрование пробы

Наполните пипетку Пастера **Реагентом № 4 (титрантом)**. Выполните титрование пробы при постоянном перемешивании (с помощью палочки, магнитной мешалки или круговыми движениями стакана), добавляя титрант по каплям и считая их. Титрование считается окончанным, когда сине-зелёная окраска раствора перейдет в серую (серую с оранжевым оттенком). Выждите 30 секунд. Если окраска раствора перейдет обратно в сине-зелёную, добавьте ещё одну каплю титранта для появления устойчивого серого (серого с оранжевым оттенком) цвета. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование (N<sub>общ</sub>).

**ВНИМАНИЕ** Избегайте перетитрования пробы. После появления устойчивой серой (серой с оранжевым оттенком) окраски добавление титранта следует прекратить. В противном случае раствор приобретёт оранжевую окраску, указывающую на перетитрование пробы.

Если значение N<sub>общ</sub> выходит за границы диапазона, указанного в таблице 1 для выбранного объема аликвоты пробы, повторите титрование, взяв для анализа другой объем аликвоты пробы. Например, если на титрование 10 см<sup>3</sup> пробы (по таблице 1: диапазон 3,0 – 7,0 ммоль/дм<sup>3</sup> // 12 – 28 капель) пошло менее 12 капель, то титрование следует повторить, взяв 20 см<sup>3</sup> пробы (диапазон 1,0 – 3,0 ммоль/дм<sup>3</sup>), если больше 28 капель – 5 см<sup>3</sup> пробы (диапазон 7,0 – 14,0 ммоль/дм<sup>3</sup>).

Оставшийся в пипетке раствор вылейте обратно во флакон.

## 8.4 Расчет общей щёлочности

Рассчитайте общую щёлочность Щ<sub>общ</sub>, ммоль/дм<sup>3</sup> по формуле (2):

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{N_{\text{общ}} \cdot V_K \cdot 0,05 \cdot 1000}{V_{\text{П}}}, \quad (2)$$

где  $N_{\text{общ}}$  – количество капель титранта, пошедших на титрование по смешанному индикатору (до pH = 4,5);  
 $V_K$  – объём одной капли титранта<sup>2</sup>, равный 0,05 см<sup>3</sup>;  
0,05 – нормальность титранта (раствора соляной кислоты), моль/дм<sup>3</sup>;  
1000 – коэффициент пересчета;  
 $V_{\text{П}}$  – объём аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

## 9 РАСЧЁТ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАРБОНАТОВ И ГИДРОКАРБОНАТОВ

Выполните расчёт массовой концентрации карбонатов  $C_{\text{CO}_3}$ , мг/дм<sup>3</sup> и гидрокарбонатов  $C_{\text{HCO}_3}$ , мг/дм<sup>3</sup> по формулам, приведённым в таблице. Для расчёта используются значения свободной щёлочности  $\text{Щ}_{\text{св}}$ , ммоль/дм<sup>3</sup>, общей щёлочности  $\text{Щ}_{\text{общ}}$ , ммоль/дм<sup>3</sup>, рассчитанные по формулам (1) и (2), а также их соотношение.

Соотношение между свободной ( $\text{Щ}_{\text{св}}$ ) и общей ( $\text{Щ}_{\text{общ}}$ ) щёлочностью	Массовая концентрация карбонатов	Массовая концентрация гидрокарбонатов
	$C_{\text{CO}_3}$ , мг/дм <sup>3</sup>	$C_{\text{HCO}_3}$ , мг/дм <sup>3</sup>
$\text{Щ}_{\text{св}} = 0$	0	$61 \cdot \text{Щ}_{\text{общ}}$
$2 \cdot \text{Щ}_{\text{св}} < \text{Щ}_{\text{общ}}$	$60 \cdot \text{Щ}_{\text{св}}$	$61 \cdot (\text{Щ}_{\text{общ}} - 2 \cdot \text{Щ}_{\text{св}})$
$2 \cdot \text{Щ}_{\text{св}} = \text{Щ}_{\text{общ}}$	$60 \cdot \text{Щ}_{\text{св}}$	0
$2 \cdot \text{Щ}_{\text{св}} > \text{Щ}_{\text{общ}}$	$60 \cdot (\text{Щ}_{\text{общ}} - \text{Щ}_{\text{св}})$	0
$\text{Щ}_{\text{св}} = \text{Щ}_{\text{общ}}$	0	0

**ПРИМЕЧАНИЕ** Расчет массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов по значениям свободной и общей щёлочности не рекомендуется выполнять для сильнозагрязнённых вод, в которых могут содержаться в значительных концентрациях основания, способные вносить вклад в величину щёлочности, такие как фосфаты, силикаты, бораты, сульфиды, цианиды, ацетаты, пропионаты, аммоний, анионы гуминовых и других органических кислот.

### Разработчик

ООО «Эконикс-Эксперт», Москва

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

<sup>2</sup> Уточнение значения объёма одной капли титранта см. в п. 7.