



ТЕСТ-КОМПЛЕКТ СТ-ТИТР
«КАЛЬЦИЙ»

ИНСТРУКЦИЯ ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ИЗМЕРЕНИЙ
МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАЛЬЦИЯ В ВОДЕ

1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Кальций» предназначен для выполнения измерений массовой концентрации кальция в воде титриметрическим методом с трилоном Б по **РД 52.24.403-2007** и **ПНД Ф 14.1:2.95-97** на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1116-02** и др. НД. Распространяется на природную, питьевую и очищенную сточную воду.

Диапазон измеряемых значений массовой концентрации кальция 10 – 280 мг/дм³.
Погрешность ± 15 %.

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

2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на способности ионов кальция образовывать с трилоном Б малодиссоциированное, устойчивое в щелочной среде соединение. Магний в условиях анализа осаждается в виде гидроксида и не мешает определению. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б с использованием пипетки Пастера. Конечную точку титрования определяют по изменению окраски индикатора (мурексида) из розовой в красно-фиолетовую. Расчет массовой концентрации кальция выполняют по количеству капель титранта, пошедших на титрование.

3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

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

Выполнению измерений массовой концентрации кальция мешают повышенная цветность и мутность, ионы железа, алюминия (более 10 мг/дм³), кобальта, никеля (более 0,1 мг/дм³), меди (более 0,05 мг/дм³), вызывая нечеткое изменение окраски в точке эквивалентности и затрудняя индикацию конечной точки титрования.

Другие катионы, например, свинец, кадмий, марганец (II), цинк, стронций, барий при высоких концентрациях (как правило, не встречающихся в природных водах) могут частично титроваться вместе с кальцием и повышать расход трилона Б. Для устранения или уменьшения мешающего влияния катионов металлов к пробе перед титрованием добавляют раствор гидрохлорида гидроксиламина, входящий в состав данного комплекта.

Мутность (взвешенные вещества) пробы устраняют фильтрованием.

4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «КАЛЬЦИЙ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
Реагент № 1 Раствор гидроксиламина солянокислого 1 %	Флакон с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)
Реагент № 2 Раствор гидроксида натрия 8%	Флакон с 30 см ³ раствора (1 шт.)	Флакон с 60 см ³ раствора (1 шт.)
Реагент № 3 Смесь индикатора мурексида с	Пластиковая виала с навеской 0,025 г (50 шт.)	Пластиковая виала с навеской 0,025 г (100 шт.)

хлоридом натрия

Реагент № 4 (титрант) Раствор трилона Б 0,05 Н	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 (1 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°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 МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ КАЛЬЦИЯ

7.1 Выбор объёма аликвоты пробы

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

Предполагаемая массовая концентрация кальция (ССа), мг/дм ³	Предполагаемая жёсткость воды (Ж), °Ж	Объём аликвоты пробы воды	Предполагаемая массовая концентрация кальция (ССа), мг/дм ³
10 – 20	0,5 – 1,0	50	10 – 20
20 – 60	1,0 – 3,0	20	8 – 24

60 – 140	3,0 – 7,0	10	12 – 28
140 – 280	7,0 – 14,0	5	14 – 28

В случае затруднения с выбором объёма аликвоты пробы рекомендуется взять для титрования 10 см³ пробы, так как большинство типов вод имеет среднюю жёсткость (4 – 8 °Ж).

7.2 Обработка пробы

Отмерьте цилиндром требуемый объём пробы (V_n) и перенесите в пластиковый стакан.

В стакан с пробой внесите реагенты в следующем порядке:

- **Реагент № 1** – 0,5 см³
- **Реагент № 2** – 0,5 см³
- **Реагент № 3** – содержимое виалы

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

7.3 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 оконченным, когда окраска раствора изменится с розовой на красно-фиолетовую. Выждите 30 секунд. Если красно-фиолетовая окраска исчезнет, добавьте ещё одну каплю титранта для появления устойчивой конечной окраски. Зафиксируйте количество капель титранта, израсходованных на титрование (N).

Оставшийся в пипетке раствор вылейте обратно во флакон.

Внимание! Избегайте перетитрования пробы. После появления устойчивой красно-фиолетовой окраски добавление титранта следует прекратить.

Если значение N выходит за границы диапазона, указанного в таблице 1 для выбранного объёма аликвоты пробы, повторите титрование, взяв для анализа другой объём аликвоты пробы.

Например, если на титрование 10 см³ пробы (по таблице 1: диапазон 60 – 140 мг/дм³ / 3,0 – 7,0 °Ж / 12 – 28 капель) пошло менее 12 капель, то титрование следует повторить, взяв 20 см³ пробы (диапазон 20 – 60 мг/дм³ / 1,0 – 3,0 °Ж), если больше 28 капель – 5 см³ пробы (диапазон 140 – 280 мг/дм³ / 7,0 – 14,0 °Ж).

7.4 Расчет массовой концентрации кальция

Рассчитайте массовую концентрацию кальция (C_{Ca}), мг/дм³ по формуле:

$$C_{Ca} = \frac{N \cdot V_K \cdot 0,05 \cdot 20,04 \cdot 1000}{V_{\Pi}},$$

где N – количество капель титранта, пошедших на титрование;
 V_K – объём одной капли титранта¹, равный 0,05 см³;
 0,05 – нормальность титранта (раствора трилона Б), моль/дм³;
 20,04 – молярная масса эквивалента кальция, г/моль;
 1000 – коэффициент пересчета;
 V_{Π} – объём аликвоты пробы воды, взятой для анализа, см³.

ПРИМЕЧАНИЕ Общая жёсткость ($J_{общ}$), массовая концентрация ионов кальция (C_{Ca} , мг/дм³) и массовая концентрация ионов магния (C_{Mg} , мг/дм³) связаны уравнением:

$$J_{общ} = \frac{C_{Ca}}{20,4} + \frac{C_{Mg}}{12,15}$$

Таким образом, зная значения общей жёсткости и массовой концентрации иона кальция, можно рассчитать значение массовой концентрации иона магния C_{Mg} , мг/дм³:

$$C_{Mg} = 12,15 \left(J_{общ} - \frac{C_{Ca}}{20,4} \right)$$

Разработчик

ООО «Эконикс-Эксперт», Москва

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

¹ Значение объёма одной капли титранта, равное 0,05 см³, является усреднённым. Для уточнения значения объёма капли рекомендуется выполнить калибровку пипетки Пастера. Для этого в мерный цилиндр вместимостью 10 см³ с ценой деления 0,2 см³ внесите пипеткой 100 капель титранта и зафиксируйте объём раствора в цилиндре. Рассчитайте значение объёма одной капли титранта делением объёма раствора в цилиндре на 100. Повторите операцию три раза и найдите среднее значение.