СОВЕТ ЭКОНОМИЧЕСКОЙ ВЗАИМОПОМОЩИ

СОВЕЩАНИЕ РУКОВОДИТЕЛЕЙ

ВОДОХОЗЯЙСТВЕННЫХ ОРГАНОВ СТРАН-ЧЛЕНОВ СЭВ

**АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

ЧАСТЬ I

Методы химического анализа вод

Том 1

ОСНОВНЫЕ МЕТОДЫ

Издание четвертое

МОСКВА -1987

**АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ**

В нейтральной или слабощелочной среде /pH 7-10/осаждают хлорид-ионы титрованным раствором, нитрата се­ребра в виде малорастворимого хлорида серебра. Произведение растворимости хлорида серебра при 25°С составляет

1,56\*10-10 . В качестве индикатора применяют раствор хро­мата калия, который реагирует с избыточными ионами серебра, вызывая переход лимонной-желтой окраски в оранже­во-желтую. При потенциометрическом определении применя­ют потенциометр с серебряный и каломельным электродами. Титруемый раствор соединяют с электродом сравнения во­левым мостиком, содержащим раствор нитрата калия.

Метод применяется для определения хлоридов при со­держании их, превышающем 2 мг/л; беp разбавления можно титровать пробы в содержанием хлоридов до 400 мг/л. Для точного определения хлоридов при концентрациях меньше 10 мг/л пробы надо предварительно упаривать. В зависимости от концентрации хлоридов в пробе титруют 0,1 мол/л; 0,05 мол/л или 0,02 мол/л раствором нитрата серебра.

Мешающие влияния

Окраску прозрачных, но окрашенных проб устраняют встряхиванием 100 мл пробы примерно с 0,6 г активирован­ного угля /препарат не должен содержать хлоридов, что устанавливается холостым опытом с дистиллированной водой/.

После обесцвечивания пробы ее фильтрует через плотный бумажный фильтр "синяя лента" и фильтр промывают дистиллированной водой.

При наличии мути и окраски, мешающих определению, пробу осветляют суспензией гидроокиси алюминия **или** обеспечивают активированным углем , В 100 мл пробы прибавля­ют 3 мл суспензии гидроокиси алюминия и смесь встряхива­ют до обесцвечивания жидкости, затем фильтруют через фильтр средней плотности/"белая лента"/ и осадок промы­вают дистиллированной водой. Хлориды определяют во всем объеме фильтрата.

Аргентометрически вместе с хлоридами определяются бромиды, иодиды и цианиды. Цианиды можно предварительно разрушить перекисью водорода в щелочной среде.

Определению мешают сульфиты, сульфиды и тиосульфа­ту. Сульфиты устраняют прибавлением перекиси водорода к нейтральной пробе. Сульфиды и тиосульфа­ты разлагают перекисью водовода в щелочной среде.

Фосфаты мешают если присутствуют в концентрациях, превышающих 25 мг/л, так как они тогда осаждаются ионами серебра в виде фосфата серебра.

Железо в концентрациях, превышающих 10 мг***/***л, мешает точному нахождениюточки эквивалентности.

Реактивы

Бидистиллят

Серная кислота, приблизительно 0,05 мол/л раствор. Разбавляют 28 ***мл*** концентрированной ч.д.а. дистиллированной водой до 1 л.

Едкий натр, приблизительно 1 мо*л/л* раствор. Растворяют 40 г NaOHч.д.а. в бидистилляте до ***1 л.***

Фенолфталеин, 0,5%-ный раствор /приго­товление см. "Кислотность"/.

Хромат калия , 5%-ный раствор. Растворяет 50 г K2CrO4ч.д.а. в ,небольшом объеме бидистилля­та и прибавляют раствор нитрата серебре до начала образования красного осадка. После двухчасового отстаивания раствора фильтруют и доводят бидистилятом до 1 л.

Нитрaтсеребра, 0,1 мол/л0,05 мол/л или 0,08 мол/л раствор. Растворяют 16,9874 г/ 8,4937 г или 0,5976 AgNO3ч.д.а., высушенного при 105°С, в бидистиляте и доводят объем до 1 л. Титр или поправку определяют титрованием 5 мл раствора хлорида натрия со­ответствующей нормальности, разбавляемого до 100 мл бидистилятом. Титруют описанным ниже методом при по oпомощи микробюретки.

Хлорид натрия, 0,1 мол/л; 0,05 мол/л или 0,05 мол/л раствор» Растворяют в бндистиляте 5,8443 г /2,9221 г или 1,1684 г/NaCl ч.д.а., высушенного при105 С, и доводят объем до 1 л. при 20 С.

Ход определения

Дляопределение берут100 мл профильтрованной пробы или меньшего количество и доводят до 100 мл бидистилятом. Кислые и щелочные пробы нейтрализуют едким натром или серией кислотой по фенолфталеину, прибавив ничтожно малый избытое кислоты, чтобы раствор после нейтрализации был бесцветным. Пробы, рН которых составляет 7-9, предварительно не подготавливают» Затем к про­бе прибавляют 1 мл раствора хромата калия постоянном перемешивании титруют раствором нитрата серебра до перехода лимонно-жёлтой окраски в оранжево-желтую.

Таким же способом проводят холостое определение с бидистиллятом.

Расчет

Содержание хлорид-ионов к ммол/л /х/ или в мг/л /у/ вычисляют по формулам

$$x=\frac{/a-b/k\*M\*1000}{V}$$

$$y=\frac{/a-b/k\*M\*35.45\*1000}{V}= \frac{/a-b/k\*M\*35450}{V}$$

где a - объём раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование пробы, вмл:

b - объем раствора итрата серебра, израсходованного на титрование в холостом опыте, вмл:

М- молярного титрированного раствора;

к - поправочный коэффициент к молярности титрированного раствора нитрата серебра;

V - объем пробы, взятой для определения в мл;

Округление результатов

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| Диапазон в мг/л | 1.0-101/ | 10-50 | 50-100 | 100-200 | 200-500 |
| Округление в мг/л | 0.1 | 1 | 2 | 5 | 10 |
| Округление в ммол/л | 0,002 | 0.02 | 0,05 | 0,1 | 0,2 |

***1/* Если проба сконцентрирована в 10 раз выпариванием.**