главное управление

Гидрометеорологической службы

при совете министров ссср

\_\_\_\_\_\_\_\_\_

гидрохимический институт

**РУКОВОДСТВО**

**ПО ХИМИЧЕСКОМУ АНАЛИЗУ**

**ПОВЕРХНОСТНЫХ ВОД СУШИ**

Под редакцией

д-ра хим. наук проф. а. д. семенова

гидрометеоиздат - ленинград 1977

**аргентометрическое определение**

**Назначение метода.** Метод предназначен для анализа неокра­шенных и окрашенных вод с содержанием хлоридов выше 10 мг С1-/л. Более надежные результаты метод дает при содер­жании хлоридов выше 40 мг С17л.

**Принцип метода.** Метод основан на малой растворимости хлорида серебра AgCl, количественно выпадающего из раствора при прибавлении нитрата серебра AgN03 к воде, содержащей хлоридные ионы,

Ag+ + С1~ = AgCl | белый осадок.

После полного осаждения хлоридов избыток ионов серебра вступает в реакцию с ионами хромовой кислоты, которую добав­ляют как индикатор, в результате чего образуется осадок хромата серебра, окрашенный в красный цвет.

**Характеристики метода.** Минимальная определяемая концен­трация 10 мг С1~/л. Относительное стандартное отклонение *U* при концентрациях 100—200 мг С1~/л составляет 0,6% (п = 21). Продолжительность определения единичной пробы 15 мин. Серия из 10 проб определяется в течение 2,5 ч.

**Мешающие влияния.** Данным методом, кроме хлоридов, опре­деляются находящиеся в воде ионы других галогенов (Вr-, *I*-) содержание которых в большинстве природных вод невелико. На результаты определения оказывают влияние окрашенные веще­ства, кислоты (рН < 6,5), присутствие сероводорода и гидро­сульфидов.

Для устранения мешающего влияния окрашенных веществ воду пропускают через колонку, наполненную активированным углем БАУ (*d* = l,5 ~~:~~2 см, *h* = 25~~:~~30 см) со скоростью 2 мл/мин. Первые 150 мл воды отбрасывают.

При кислой реакции воды пробу нейтрализуют по фенолфта­леину.

При наличии сероводорода и гидросульфидов воду следует под­кислить 0,1 н. раствором HN03 по лакмусовой бумаге и пропу­стить ток воздуха в течение нескольких минут.

**Ход определения.** В коническую колбу емкостью 105—200 мл отмеривают пипеткой необходимый объем исследуемой пробы воды (см. «Качественное определение), добавляют 1 мл раствора хромата калия (если объем пробы менее 100 мл, количество хромата калия соответственно уменьшают) и титруют при непрерывном переме­шивании раствором азотнокислого серебра. При малом содержа­нии хлоридов титрование проводят медленно, приливая раствор AgN03 по одной капле. При значительном содержании хлоридов вначале выпадает белый осадок AgCl. По мере приближения к концу титрования появляется буроватая окраска, скорость исчезновения которой замедляется по мере титрования. Для установления конечной точки титрования целесообразно использовать «свиде­тель», в качестве которого используют недотитрованную пробу приблизительно с таким же содержанием хлоридов, как и в иссле­дуемой пробе воды.

Конец титрования определяют по неисчезающей при переме­шивании окраски буроватого цвета, появляющейся от одной капли AgN03.

Одновременно проводят определение холостой пробы титро­ванием дистиллированной воды (100 мл) аналогично описанному выше.

**Расчет.** Содержание хлоридов *Сэ* в мг-экв/л и *Сх* в мг/л находят по формулам:

*Сэ =  (n,-n2)N. 1000* '

*V*

*Сх =  (n,-n2)N .* 35,45.1000

*V* '

где *N* — нормальность раствора AgN03; *п1* — объем раствора AgN03, пошедшего на титрование пробы, мл; *п2* — объем рас­твора AgN03, пошедшего на титрование холостой пробы, мл; *V —* объем пробы воды, взятый для определения, мл.

**Реактивы**

1. Раствор азотнокислого серебра AgN03, х. ч., 0,05 н. 8,4937 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 л. Если полу­чается мутный раствор, ему дают отстояться в течение нескольких дней и сифонируют. Раствор следует хранить в темной склянке. Бюретки для раствора AgN03 периодически очищают от выделя­ющегося металлического серебра (черный налет). Для предохра­нения растворов от выпадения серебра бюретку хранят в черном чехле, освобождая ее на время титрования.
2. Раствор хромовокислого калия К2Сг04, х. ч. 100 г хромо­вокислого калия растворяют в небольшом количестве воды, затем для удаления хлоридов добавляют раствор AgN03 до появления слабого красно-бурого осадка, через 1—2 дня фильтруют и доводят объем фильтрата дистиллированной водой в мерной колбе до 1 л.
3. Стандартный раствор хлористого натрия NaCl, х. ч., 0,05 н. 2,9221 г NaCl, предварительно прокаленного при 500—600° С до полного удаления влаги, растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 л.

Можно использовать КС1, навеска которого должна быть 3,7277 г.

**Определение нормальности стандартного раствора** AgN03. Для определения нормальности раствора AgON3 пользуются точными растворами NaCl.

В коническую колбу емкостью 150—200 мл отбирают пипеткой 15 мл точного раствора NaCl и прибавляют дистиллированную воду до объема 50 мл. Прибавляют 0,5 мл раствора хромата калия и титруют раствором AgN03 до появления осадка бурого цвета. Определение повторяют 2—3 раза и за результат принимают среднюю величину. Нормальность азотнокислого серебра AgN03132 находят по формуле

N = N1 n 1

n 2

где *N1*—нормальность раствора хлористого натрия NaCl; *п1* — объем раствора NaCl, мл; *п2* — объем раствора AgN03, мл (после того как из него вычтено количество миллилитров AgN03, иду­щее на холостое определение).

**Посуда**

* 1. Колбы конические на 200 мл — 10 шт.
  2. Бюретка на 25 мл — 1 шт.
  3. Пипетки на 15 мл — 1 шт.
  4. Пипетки на 1—2 мл — 1 шт.