

地下水质检验方法

滴定法测定碳酸根、重碳酸根和氢氧根

1 主题内容与适用范围

本标准规定了滴定法测定碳酸根、重碳酸根和氢氧根离子的方法。

本标准适用于地下水中碳酸根、重碳酸根、氢氧根离子的测定。检测下限分别为：碳酸根、重碳酸根 5mg/L, 氢氧根 2mg/L。

2 方法提要

分别用酚酞和甲基橙作指示剂,用酸标准溶液滴定水样,根据滴定消耗酸标准溶液的体积,分别计算碳酸根、重碳酸根和氢氧根的含量。

3 试剂

3.1 酚酞乙醇溶液(10g/L)。

3.2 甲基橙溶液(0.5g/L)。

3.3 盐酸标准溶液 [$c(\text{HCl})=0.05\text{mol/L}$]。

3.3.1 配制:量取盐酸($\rho=1.19\text{g/mL}$)4.2mL 与蒸馏水混合并稀释到 1 000mL,其准确浓度用基准碳酸钠标定。

3.3.2 标定:称取三份经 250℃烘干 4h 的无水碳酸钠 0.1~0.2g(准确至 0.000 2g),分别放入三个 250mL 三角瓶中,加 50mL 蒸馏水溶解,加入甲基橙指示剂(3.2)4 滴,用盐酸溶液(3.3.1)滴定到溶液由黄色突变到橙色即为终点。记下消耗盐酸溶液的体积(V)。

3.3.3 按下式计算盐酸溶液的准确浓度:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m}{V \times 53.0} \times 1\,000$$

式中: $c(\text{HCl})$ ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

m ——称取基准碳酸钠的质量, g;

V ——消耗盐酸标准溶液的体积, mL。

4 分析步骤

4.1 取水样 50.0mL 于 150mL 三角瓶中,加入酚酞溶液(3.1)4 滴,如出现红色,则用盐酸标准溶液(3.3)滴定到溶液红色刚刚消失。记录消耗盐酸标准溶液的毫升数(V_1)。

4.2 在 4.1 步骤测定后的溶液中,继续加入甲基橙溶液(3.2)4 滴,用盐酸标准溶液(3.3)滴定到溶液由黄色突变为橙色,记录消耗盐酸标准溶液的毫升数(V_2)。

5 分析结果的计算

氢氧根、碳酸根和重碳酸根的质量浓度,依下列情况,分别计算。

5.1 当 $V_1 > V_2$ 时,表明有 OH^- 和 CO_3^{2-} 存在,无 HCO_3^- 。此时:

$$\text{OH}^- (\text{mg/L}) = \frac{c \times (V_1 - V_2) \times 17.01}{V} \times 1\,000$$

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{mg/L}) = \frac{c \times 2V_2 \times 30.01}{V} \times 1\,000$$

5.2 当 $V_1 = V_2$ 时,表明有 CO_3^{2-} 而无 OH^- 和 HCO_3^- 存在。此时:

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{mg/L}) = \frac{c \times 2V_1 \times 30.01}{V} \times 1\,000$$

5.3 当 $V_1 < V_2$ 时,表明有 CO_3^{2-} 和 HCO_3^- 存在,没有 OH^- 。此时:

$$\text{CO}_3^{2-} (\text{mg/L}) = \frac{c \times 2V_1 \times 30.01}{V} \times 1\,000$$

$$\text{HCO}_3^- (\text{mg/L}) = \frac{c(V_2 - V_1) \times 61.02}{V} \times 1\,000$$

5.4 当 $V_1 = 0$ 时,表明仅有 HCO_3^- 存在。则:

$$\text{HCO}_3^- (\text{mg/L}) = \frac{c \times V_2 \times 61.02}{V} \times 1\,000$$

5.5 当 $V_2 = 0$ 时,表明仅有 OH^- 存在。则:

$$\text{OH}^- (\text{mg/L}) = \frac{c \times V_1 \times 17.01}{V} \times 1\,000$$

式中: c ——盐酸标准溶液的浓度, mol/L;

V_1 ——用酚酞作指示剂时,滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL;

V_2 ——用甲基橙作指示剂时,滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL;

V ——所取水样的体积, mL。

6 精密度、准确度

同一实验室,测定含有 250.6 mg/L 重碳酸根离子的水样 6 次,其相对标准偏差为 1.2%,相对误差为 $\pm 1.8\%$ 。

附加说明:

本标准由地质矿产部提出。

本标准由地质矿产部水文地质工程地质研究所归口。

本标准由地质矿产部天津市中心实验室负责起草。

本标准主要起草人史继东。