

Тест-комплект по выполнению измерений  
массовой концентрации кремния в воде с  
применением фотометра ЭКСПЕРТ-003  
СТ-ФОТО Кремний

Инструкция по измерению

## 1 НАЗНАЧЕНИЕ

Тест-комплект «Кремний» предназначен для отбора и подготовки пробы воды к анализу на фотометре «Эксперт-003» с целью определения содержания мономерно-димерных форм кремнекислоты и силикатов в пересчете в массовую концентрацию кремния в пробах питьевых вод, поверхностных вод суши и очищенных сточных вод на соответствие требованиям **СанПиН 2.1.4.1074-01**, **СанПиН 2.1.4.1116-02** и др. НД.

Диапазон измерений концентрации кремния 0,5-12 мг/дм<sup>3</sup>, погрешность ±20 %.

Тест-комплект «Кремний» включает все необходимые материалы и реактивы для отбора и подготовки пробы к фотометрическому анализу по **РД 52.24.433-2005**, **ПНД Ф 14.1:2:4.215-06**. Расчет массовой концентрации кремния выполняется фотометром «Эксперт-003» автоматически по заводской градуировке, сохраненной в памяти.

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

## 2 СУЩНОСТЬ МЕТОДА

Метод основан на взаимодействии мономерно-димерных форм кремнекислоты и силикатов с молибдатом аммония в кислой среде с образованием кремнемолибденовой гетерополикислоты желтого цвета. Интенсивность окраски пропорциональна концентрации кремнекислоты и силикатов.

Оптическую плотность окрашенного раствора измеряют на фотометре «Эксперт-003» с картриджем «400» в кювете 10 мм относительно дистиллированной воды. Содержание мономерно-димерных форм кремнекислоты и силикатов в пересчете в массовую концентрацию кремния рассчитывается автоматически по градуировочному графику, сохраненному в памяти фотометра.

## 3 УСЛОВИЯ ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Определению мешают взвешенные и коллоидные вещества, устраняемые предварительным фильтрованием пробы, фосфаты, устраняемые добавлением винной кислоты в ходе анализа, а также высокие концентрации восстановителей и железа (более 20 мг/дм<sup>3</sup>), которые маловероятны для большинства типов вод.

## 4 СОСТАВ ТЕСТ-КОМПЛЕКТА «КРЕМНИЙ»

- Реагенты:

Реагент	50 определений	100 определений
<b>Реагент № 1</b> 5 % раствор молибдата аммония в 0,5 М серной кислоте	Флакон-капельница с 30 см <sup>3</sup> раствора (1 шт.)+ контейнера с 30 см <sup>3</sup> 0,5 М раствора серной кислоты и навеской молибдата аммония 1,6 г (3 шт.)	Набор для приготовления раствора молибдата аммония, состоящий из 0,5 М раствора серной кислоты и виалы с навеской молибдата аммония 1,6 г (3 шт.)
<b>Реагент № 2</b> Винная кислота	Пластиковая виала с навеской 0,05 г (50 шт.)	Пластиковая виала с навеской 0,05 г (100 шт.)

- Шприц 5 см<sup>3</sup> для отбора пробы
- стакан пластиковый 50 см<sup>3</sup>
- Палочка для перемешивания

Раствор молибдата аммония (**Реагент № 1**) пригоден в течении 1,5 месяцев. Для работы в первые 1,5 месяца использовать раствор из флакон-капельницы. По истечении 1,5 месяцев оставшийся в ней раствор следует вылить. Для работы в последующее время (до истечения шестимесячного срока годности тест-комплекта) каждые 1,5 месяца необходимо готовить новые растворы, используя наборы для приготовления, состоящие из контейнера с 30 см<sup>3</sup> 0,5 М раствора серной кислоты и виалы с навеской молибдата аммония 1,6 г. Навеску молибдата аммония следует растворить в 0,5 М растворе серной кислоты.

Последовательность действий следующая:

- Откройте крышку контейнера с 30 см<sup>3</sup> 0,5 М раствора серной кислоты и внесите навеску молибдата аммония 1,6 г из виалы. Закройте крышку и встряхивайте контейнер до полного растворения молибдата аммония.
- Перелейте полученный раствор во флакон-капельницу, предварительно вылив из нее остатки старого раствора.

Приготовленный раствор устойчив в течении 1,5 месяцев. Хранить в темном прохладном месте.

**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.

Отобрать шприцем 5 см<sup>3</sup> пробы исследуемой воды и перенести в стакан<sup>1</sup>.

## 7 ОБРАБОТКА ПРОБЫ

В стакан с пробой внести 16 капель **Реагента № 1**, перемешать палочкой, выждать 10 минут, внести **Реагент № 2** (содержимое одной виалы), перемешать и оставить на 5 минут.

## 8 ИЗМЕРЕНИЕ

- Включить фотометр «Эксперт-003». Установить картридж **«400»**. Нажать кнопку **«ИЗМ»**. Кнопками «←» и «→» выбрать градуировку **«Кремний»** (см. Протокол градуировок). При необходимости выполнить градуировку по стандартным растворам кремния (**Приложение А**).

<sup>1</sup> При наличии в воде взвешенных и коллоидных веществ пробу предварительно отфильтровать.

- Установить в фотометрической ячейке кювету 10 мм с дистиллированной водой.
- Нажать кнопку «Ф1» (или «НОЛЬ» для модели фотометра «Диалог») для обнуления показания оптической плотности.
- Извлечь кювету, вылить дистиллированную воду. Залить в кювету пробу, обработанную по п. 7 (с момента внесения последнего реагента должно пройти ровно 10 минут).
- Установить кювету в фотометрической ячейке, дождаться стабилизации показания оптической плотности и считать значение массовой концентрации кремния с дисплея фотометра с округлением до первого знака после запятой.
- Если измеренное значение превышает 12 мг/дм<sup>3</sup> (верхнюю границу диапазона измерений), разбавить пробу дистиллированной водой и повторить обработку по п. 7 и измерение по п. 8. Измеренное значение концентрации должно находиться в пределах 0,5-12 мг/дм<sup>3</sup>. Для расчета конечного результата умножить измеренное значение концентрации на коэффициент разбавления.

## Приложение А

### Градуировка фотометра по стандартным растворам кремния

Используя аттестованный раствор кремния (ГСО или др.), приготовить шкалу стандартных растворов с массовой концентрацией 0,0; 0,5; 1,0; 3,0; 6,0; 9,0; 12,0 мг/дм<sup>3</sup>.

Отобрать по 5 см<sup>3</sup> каждого из стандартных растворов и обработать реагентами в соответствии с п. 7.

По истечении 5 минут после внесения последнего реагента выполнить градуировку фотометра в соответствии с Руководством по эксплуатации, используя картридж «400» и кювету 10 мм. В качестве холостой пробы при обнулении показания оптической плотности использовать дистиллированную воду.

Выполненная градуировка будет сохранена в памяти фотометра под выбранным номером.