

Opmerking: titers van toepassing zijn gelegen bij $\pm 0.01M$ en $\pm 0.1M$.

- 6.2.2 kaliumwaterstofftalaat, $C_8H_5KO_4$, concentratie afhankelijk van de NaOH-oplossing waarvan de titer bepaald moet worden
- 6.2.3 oxaalzuur, $(COOH)_2 \cdot 2H_2O$, concentratie afhankelijk van de NaOH-oplossing waarvan de titer bepaald moet worden
- 6.2.4 zoutzuur, HCl, verschillende concentraties afhankelijk van de te titreren monsters

Opmerking: titers van toepassing zijn gelegen bij $\pm 0.01M$ en $\pm 0.1M$.

- 6.2.5 natriumcarbonaat, Na_2CO_3 , concentratie afhankelijk van de HCl-oplossing waarvan de titer bepaald moet worden
- 6.2.6 tris(hydroxymethyl)-aminomethaan, $C_4H_{11}NO_3$, concentratie afhankelijk van de HCl-oplossing waarvan de titer bepaald moet worden
- 6.2.7 fenolftaleïne (1 g/l)
- 6.2.8 methyloranje (0,5 g/l)
- 6.2.9 methylrood (1 g/l)

7 PROCEDURE

7.1 KALIBRATIE VAN DE PH-ELEKTRODE

Indien men de titratie electrometrisch gaat uitvoeren, dan moet men natuurlijk eerst de pH-elektrode gaan kalibreren en controleren (WAC/III/A/005).

Opmerking: De controles zoals beschreven in WAC/III/A/005 zijn van toepassing.

7.2 STELLEN VAN DE REAGENTIA

- 7.2.1 Zoutzuur, HCl (6.2.4)
De titer van de zoutzuur oplossing moet bepaald worden. Dit kan t.o.v. natriumcarbonaat (Na_2CO_3) (6.2.5) of t.o.v. tris(hydroxymethyl)-aminomethaan ($C_4H_{11}NO_3$) (6.2.6).
- 7.2.2 Natriumhydroxide, NaOH (6.2.1)
De titer van de natriumhydroxide oplossing moet bepaald worden. Dit kan t.o.v. kaliumwaterstofftalaat ($C_8H_5KO_4$) (6.2.2) of t.o.v. oxaalzuur ($(COOH)_2 \cdot 2H_2O$) (6.2.3).

Opmerking: Als alternatief kan men commerciële oplossingen gebruiken.

7.3 METEN VAN DE MONSTERS

Eerst en vooral wordt de pH van het monster gemeten (WAC/III/A/005), want afhankelijk van de pH van de monsters worden verschillende werkwijzen gevolgd.

7.3.1 PH < 4,5

Een gekende hoeveelheid monster wordt getitreerd met NaOH tot een pH van 4,5 bereikt is.

Men noteert het aantal ml NaOH dat door het monster werd verbruikt. Hetzelfde monster wordt verder getitreerd met NaOH tot een pH van 8,3 bereikt is. Opnieuw wordt het aantal ml NaOH die door het monster werden verbruikt, genoteerd.

7.3.2 pH > 8,3

Een gekende hoeveelheid monster wordt getitreerd met HCl tot een pH van 8,3 bereikt is. Men noteert het aantal ml zoutzuur dat door het monster werd verbruikt. Hetzelfde monster wordt verder getitreerd met HCl tot een pH van 4,5 bereikt is. Opnieuw wordt het aantal ml zoutzuur die door het monster werden verbruikt, genoteerd.

7.3.3 4,5 < pH < 8,3

Men neemt twee deelmonsters met een gekende hoeveelheid. Het ene deelmonster wordt getitreerd met NaOH tot een pH van 8,3 bereikt is. Het andere deelmonster wordt getitreerd met HCl tot een pH van 4,5 bereikt is. Ook hier worden de verbruikte volumes genoteerd.

8 BEREKENINGEN

Uit het aantal ml verbruikt reagens (HCl of NaOH) en uit de concentratie van de gebruikte reagentia kan men m.b.v. de onderstaande formule het aantal mmol berekenen dat door het monster werd verbruikt.

8.1.1 pH < 4,5

$$\text{Buffercapaciteit bij pH 4.5} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times V_1}{V_M} \times 1000$$

$$\text{Buffercapaciteit bij pH 8.3} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times (V_1 + V_2)}{V_M} \times 1000$$

met

M_R = molaire concentratie van het reagens (natriumhydroxide), in mol/l

V_M = volume monster, in ml

V_1 = volume natriumhydroxide toegevoegd tot pH 4.5, in ml

V_2 = volume natriumhydroxide toegevoegd van pH 4.5 tot pH 8.3, in ml

8.1.2 pH > 8,3

$$\text{Buffercapaciteit/alkaliniteit bij pH 4.5} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times (V_3 + V_4)}{V_M} \times 1000$$

$$\text{Buffercapaciteit/alkaliniteit bij pH 8.3} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times V_3}{V_M} \times 1000$$

met

M_R = molaire concentratie van het reagens (zoutzuur), in mol/l

V_M = volume monster, in ml

V_3 = volume waterstofchloride toegevoegd tot pH 8.3, in ml

V_4 = volume waterstofchloride toegevoegd van pH 8.3 tot pH 4.5, in ml

8.1.3 4,5 < PH < 8,3

$$\text{Buffercapaciteit/alkaliniteit bij pH 4.5} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times V_5}{V_M} \times 1000$$

$$\text{Buffercapaciteit bij pH 8.3} \left(\frac{\text{mmol}}{\text{l}} \right) = \frac{M_R \times V_6}{V_M} \times 1000$$

met

M_R = molaire concentratie van het reagens (zoutzuur of natriumhydroxide), in mol/l

V_M = volume monster, in ml

V_5 = volume waterstofchloride toegevoegd tot pH 4.5, in ml

V_6 = volume natriumhydroxide toegevoegd tot pH 8.3, in ml

8.1.4 BICARBONAAT, CARBONAAT EN HYDROXIDE ALKALINITEIT

Resultaat van titratie	Hydroxide alk	Carbonaat alk	Bicarbonaat alk
TAp = 0	0	0	TAm
TAp < ½ TAm	0	2 TAp	TAm - 2TAp
TAp = ½ TAm	0	2 TAp	0
TAp > ½ TAm	2 TAp - TAm	2(TAm - TAp)	0
TAp = TAm	TAm	0	0

Waarbij TAP: alkaliniteit bij pH 8.3
TAM: alkaliniteit bij pH 4.5

Het gehalte aan bicarbonaat kan als volgt berekend worden:

$$\text{HCO}_3^- \text{ in mg/l} = 61 * \text{resultaat bekomen in mmol/l}$$

Het gehalte aan carbonaat kan als volgt berekend worden:

$$\text{CO}_3^{2-} \text{ in mg/l} = 30 * \text{resultaat in mmol/l}$$

Het gehalte aan hydroxide kan als volgt berekend worden:

$$\text{OH}^- \text{ in mg/l} = 17 * \text{resultaat in mmol/l}$$

Opmerking: Conversiefactor van mmol/l naar Franse graden (°F) = 5

9 KWALITEITSCONTROLE

Bij elke meetreeks wordt een controlemonster (bv. verdunde buffer of een carbonaat oplossing) geanalyseerd of een duplo analyse uitgevoerd.

10 REFERENTIES

- ISO 9963-1:1994 Water quality – Determination of alkalinity - part 1:Determination of total and composite alkalinity.
- Bestimmung der Säure- und Basekapazität, DIN 38409/H7, 1979, Bestimmung des Volumenanteils der absetzbaren Stoffe im Wasser und Abwasser, DIN 38409/H9, 1984, Deutsche Einheitsverfahren zur Wasser-, Abwasser- und Schlamm Untersuchung, VCH Verlagsgesellschaft mbH, Weinheim, 1991.
- Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater, 20th Edition, 1998.