

ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
КЫРГЫЗСКО-РОССИЙСКИЙ СЛАВЯНСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ

ФАКУЛЬТЕТ АРХИТЕКТУРЫ, ДИЗАЙНА И СТРОИТЕЛЬСТВА

Кафедра «Водных ресурсов и инженерных дисциплин»

ХИМИЯ ВОДЫ

**Методические указания
для выполнения практических работ**

Бишкек 2020

УДК 541.1(075.8)

X-46

Рецензенты:

Дж. Джорупбекова, канд. хим. наук, ст. н. с.
Института химии и фитотехнологий НАН КР,
Б.С. Ордобаев, канд. техн. наук, проф. КРСУ

Составитель:

Н.В. Яковлева, канд. с/х наук, доцент

Рекомендовано к изданию кафедрами
«Водных ресурсов и инженерных дисциплин» КРСУ

X-46 ХИМИЯ ВОДЫ: методические указания для выполнения практических работ / сост. Н.В. Яковлева. – Бишкек: Изд-во КРСУ, 2020. 154 с.

Методические указания предназначены для выполнения работ по химическому анализу питьевой природной воды с применением комплексного оборудования, полевой лаборатории, тех. комплексов. Пособие знакомит студентов с современными методами анализа воды, которые позволяют проводить мониторинг качества воды. Приведено описание правил отбора проб, процедуры проведения анализов, которые сопровождаются рисунками. Даны библиографические ссылки на авторов, описывающих методики проведения анализов.

Предназначены для студентов направления «Природоустройство и водопользование» профиля «Комплексное использование и охрана водных ресурсов».

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
ГЛАВА 1. ОТБОР ПРОБ	6
1.1. Требования к условиям отбора проб	6
1.2. Требования к условиям проведения измерений.....	7
1.3. Особенности применяемых методов и выполняемых операций.....	10
1.4. Правила построения градуировочного графика при фотометрическом анализе.....	14
ГЛАВА 2. ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВОДЫ	22
2.1. Определение запаха воды	22
2.2. Определение цветности воды	23
2.3. Определение мутности воды.....	25
2.4. Вкус воды	26
2.5. Прозрачность воды.....	27
2.6. Определение температуры воды.....	28
ГЛАВА 3. ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ВОДЫ	29
3.1. Определение сухого остатка.....	29
3.2. Измерение водородного показателя воды (рН).....	32
3.3. Определение растворенного кислорода по Винклеру ..	36
3.4. Определение содержания растворенного кислорода йодометрическим методом	38
3.5. Определение общей жесткости воды.....	40
3.6. Определение карбонатной жесткости воды.....	41
3.7. Определение общей жесткости воды комплекснометрическим методом.....	43
3.8. Определение содержания кальция и магния в воде ...	44
3.9. Аргентометрическое определение хлоридов по методу Мора.....	46
3.10. Определение хлоридов по титриметрическому методу	47
3.11. Определение хлоридов с помощью ионоселективного электрода	50
3.12. Определение активного хлора в питьевой воде.....	52

3.13. Определение остаточного активного хлора	53
3.14. Карбонат и гидрокарбонат	55
3.15. Сульфаты.....	60
3.16. Фториды.....	66
3.17. Определение фторидов с помощью ионоселективного электрода	71
3.18. Перманганатная окисляемость воды по методу Кубеля	74
3.19. Арбитражный метод определения ХПК.....	80
3.20. Ускоренный метод определения ХПК.....	83
3.21. Биохимическое потребление кислорода (БПК)	84
3.22. Биохимическое потребление кислорода (БПК).....	87
3.23. Пенистость.....	87
3.24. Нефтепродукты.....	88
3.25. Поверхностно-активные вещества (ПАВ)	94
3.26. Титриметрический метод определения аммиака.....	97
ГЛАВА 4. БИОГЕННЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ.....	107
4.1. Аммоний	107
4.2. Нитраты	108
4.3. Фотометрическое определение нитратов с салицилатом натрия	110
4.4. Нитриты.....	113
4.5. Фотоколориметрическое определение нитритов по Грису	115
4.6. Фосфаты и общий фосфор.....	119
4.7. Фотоколориметрическое определение фосфатов	122
4.8. Железо.....	125
4.9. Фотометрическое определение железа (III) с сульфосалициловой кислотой.....	128
4.10. Определение содержание железа в водопроводной воде.....	130
4.11. Измерение массовой концентрации железа фотометрическим методом.....	132
ПРИЛОЖЕНИЯ	134
ЛИТЕРАТУРА	153

ВВЕДЕНИЕ

Природные воды являются сложными многокомпонентными системами. Знание основ гидрохимии, владение навыками проведения химического анализа основных компонентов природных вод, а также сравнение полученных данных с нормативной базой позволяет делать заключения о качестве воды.

В методических указаниях приведено описание способов отбора проб, требований к условиям проведения измерений, а также методов, используемых в настоящее время для проведения исследований по органолептическому и гидрохимическому составу вод в соответствии с государственными стандартами.

С помощью материалов, приведенных в методических указаниях, студенты получают навыки проведения наблюдений и оценки состояния водной среды и на основе полученных данных принимать решения по охране гидрологической экосистемы в целом.

Одна из основных задач работы – выработка у студентов экологического мировоззрения на основе представления о единстве и взаимосвязи природных процессов, их изменении под воздействием естественных и антропогенных факторов.

ГЛАВА 1. ОТБОР ПРОБ

1.1. Требования к условиям отбора проб [1]

Пробы воды отбирают по ГОСТ 31861, ГОСТ 31862 и ГОСТ 17.1.5.05 объемом не менее 500 см³ в емкости из полимерных материалов. Место для отбора проб выбирается в соответствии с целями анализа и с учетом обстоятельств, которые могут оказать влияние на состав взятой пробы. Отбор проб бывает разовым и серийным. При разовом отборе пробу берут один раз в определенном месте и рассматривают результат одного анализа.

Загрязнения по потоку в реке могут быть распределены неравномерно, поэтому обычно пробы отбирают в местах максимально бурного течения, где потоки хорошо перемешиваются.

Качество воды в водоемах (озерах и реках) носит циклический характер, причем наблюдается суточная и сезонная цикличность. По этой причине ежедневные пробы следует отбирать в одно и то же время суток, а продолжительность сезонных исследований при мониторинге должна быть не менее 1 года.

2. Пробы воды, если они не могут быть проанализированы сразу, хранят при температуре от 2 до 8 °С не более 1 сут.

3. Пробы консервируют добавлением серной кислоты из расчета 1 см³ концентрированной серной кислоты на 1000 см³ воды или добавлением хлороформа из расчета 2–4 см³ хлороформа на 1000 см³ воды и проводят определение не позднее чем через 2 сут.

4. Отбор проб питьевой воды, расфасованной в емкости, сроки и условия хранения производят по ГОСТ 32220.

1.2. Требования к условиям проведения измерений [1]

Измерение объемов воды и растворов проводят при температуре окружающей среды от 15 до 25 °С.

Растворы следует хранить при комнатной температуре, если условия хранения не оговорены отдельно.

В химическом анализе используются различные растворенные вещества (реагенты, буферные смеси, фиксирующие агенты, консерванты и т. д.), а также растворители (вода, этанол, водно-спиртовые смеси, органические экстрагенты).

Приведем краткую информацию по единицам измерения.

Масса вещества обозначается $m(X)$ (где x – химический символ вещества) и обычно измеряется в граммах или миллиграммах. За единицу количества $m(X)$ принят моль. Масса одного моля вещества называется молярной массой вещества, которая обозначается буквой M и измеряется в граммах на моль. Например: $M(\text{Cu}) = 63,54$ г/моль, $M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,08$ г/моль. Также используется единица количества вещества эквивалентов $n|(1/z) X|$, определяемая как произведение числа эквивалентности $z(X)$ на количество вещества $m(X)$. При этом под эквивалентом подразумевают реальную или условную частицу вещества, которая в конкретной окислительно-восстановительной реакции равна одному электрону. Следовательно, число эквивалентности $z(X)$ определяется исходя из химической формулы вещества и типа химической реакции:

- при окислительно-восстановительной реакции число эквивалентности равно одному электрону (способы выражения концентраций химических веществ в международной системе единиц (СИ) приводятся в соответствии с ГОСТ х 417–2002);
- для кислот $z(X)$ оно равно числу катионов водорода, способных замещаться катионами металлов. Например: $z(\text{HCl}) = 1$ z, $z(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$;
- для гидроксидов $z(X)$ оно равно числу гидроксигрупп OH -. Например: $z(\text{NaOH}) = 1$, $z(\text{AlOH}_3) = 3$;

- для солей $z(X)$ оно равно числу катионов водорода кислоты, замещенных катионами металла или аммония. Например: $z(\text{NaCl}) = 1$, $z(\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = 6$.

Молярная масса эквивалента $M|(1/z)X|$ есть отношение молярной массы $M(X)$ вещества к числу эквивалентности. Например: $M(1/\text{HCl}) = 36,46/1 = 36,46$ г/моль, $M(1/6 \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3) = 399,886/6 = 66,65$ г/моль.

Понятие «молярная масса эквивалента» равноценно прежнему грамм-эквиваленту и в современной литературе не используется.

Молярная концентрация вещества (с) в моль/л – это отношение количества растворенного вещества в молях (n) к объему раствора (V) в литрах: $C = n/v$.

Молярную концентрацию записывают следующим образом: $c(\text{HCl}) = 3$ моль/л, $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$ моль/л.

Пример. Приготовление 50 мл раствора поваренной соли с молярной концентрацией 0,1 моль (т. е. $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль/литр).

Молярная масса NaCl соответствует $M(\text{NaCl}) = 58$ г/моль. В 1000 мл раствора с концентрацией: $c(\text{NaCl}) = 0,1$ моль /л NaCl или $M(\text{NaCl}) = 5,8$ г.

В 50 мл раствора должно содержаться X граммов NaCl, определяемых по формуле: $X = 5,8 \times 50 / 1000 = 0,29$ г (290 мг).

Навеску в 0,29 г следует поместить в колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержание колбы нужно перемешивать до полного растворения соли.

Молярная концентрация эквивалента $c|(1/z)X|$ (ранее данная величина называлась нормальностью) – есть произведение молярной концентрации $c(X)$ на число эквивалентности z данного вещества, т. е. $c|(1/z)X| = c(X) \times z$.

Молярная концентрация эквивалента показывает количество вещества эквивалентов (КВЭ), содержащегося в 1 л раствора.

Для многих используемых в химическом анализе растворов: KCl, HCl, NaOH и др., молярная концентрация эквивалентов веществ совпадает с их молярной концентрацией.

Размерность молярной концентрации эквивалентов вещества записывается в виде моль/л, ммоль/л.

Пример. Приготовление 50 мл раствора сульфата алюминия с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/л (т. е. с $|1/z \text{Al}_2(\text{SO}_4)_3| = 1$ моль/л эквивалента). Для сульфата алюминия число эквивалента $z/\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ равно 6.

$$c/\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 1/6 = 0,167 \text{ моль/л};$$

$M/\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 342$ г/моль ($27 \times 2 + 32 \times 3 + 16 \times 12 = 342$), следовательно, $m/\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 = 342 \times 0,167 = 57$ г. Составляем пропорцию: 57 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ должно содержаться в 1000 мл раствора в X г в 50 мл раствора $X = 57 \times 50 / 1000 = 2,85$ г. Следовательно, необходимо отвесить на весах 2,85 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, поместить эту навеску в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержание колбы нуно перемешивать до полного растворения соли.

Массовая доля (массовый процент, процентная концентрация) (ω) в процентах – это отношение массы растворенного вещества (m_v) к общей массе раствора, т. е. сумме масс растворенного вещества и растворителя (m_p):

$$(\omega) = (m_v / m_v + m_p) \times 100.$$

Для разбавленных растворов, имеющих значение плотности близкое 1 г/см³, часто пользуются такой разновидностью массовой доли, как массовая концентрация, измеряемая в мг/л (г/л, г дм³ и т. п.).

Пример. Приготовление 50 г раствора соли с массовой долей 5 % (5 % раствора). В 100 г раствора содержится 5 г соли, в 50 г раствора содержится X г соли: $X = (5 \times 50) / 100 = 2,5$ г.

Отвесить 2,5 г соли, поместить ее в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержание колбы нужно перемешивать до полного растворения соли.

Молярная доля (N) – это отношение числа молей данного компонента (n_1) в сумме молей данного компонента и всех других компонентов раствора (растворителя и других растворенных веществ (n_2):

$$N = n_1 / n_1 + n_2.$$

Аналогично определяется объемная доля.

Молярная концентрация (V) в моль/кг – отношение количества растворенного вещества в молях (n) к массе растворителя (m): $V = n/m$.

Часто встречаются также производные от единиц измерения концентраций, например: мг/л, мг/дм³, мг/см³, мг/мл, ммоль/л, мг/мл (титр) и др., наиболее употребляемыми единицами в справочной литературе применительно к оценке содержания примесей в воде (например, значения ПДК) являются мг/л и ммоль/л эквивалента.

Следует отметить изменения в обозначении концентрации солей жесткости. С 2003 г. жесткость воды обозначается как (Ж) и выражается в градусах жесткости (⁰Ж). Градус жесткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, преимущественно кальция (Ca²⁺) или магния (Mg²⁺), численно равной ½ его моля, выраженной в мг/л (ГОСТ Р 52029). Таким образом, вместо использовавшейся ранее размерности общей жесткости ммоль/л следует использовать ⁰Ж, при этом числовые значения величины жесткости не изменяются 1³Ж = 20,04 мг/л или 12,15 мг/л Mg²⁺.

1.3. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Характеристики проб воды определяются визуальным, органолептическим, визуально-колориметрическим, фотоколориметрическим, титрометрическим, турбидинометрическим и расчетным методами.

Органолептические методы

Органолептические методы используются при определении таких показателей, как запах, вкус, цветность, мутность, концентрация сульфат-ионов (визуально-турбидинометрический метод).

Титрометрические методы

Титрометрический метод анализа основан на количественном определении объема раствора одного или двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причем концентрация

одного из них должна быть точно известна. Раствор, концентрация вещества в котором точно известна, называется титрантом или титрованным раствором. При анализе чаще всего стандартный раствор помещают в измерительный сосуд и осторожно, малыми порциями, дозируют его, приливая к исследуемому раствору до тех пор, пока не будет установлено окончание реакции.



Рисунок 1.1 –
Стеклонная емкость

Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции происходит стехиометрическое взаимодействие титранта с анализируемым веществом и достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование вещество (моль) титранта точно равно и химически эквивалентно количеству (моль) определенного компонента. Точку эквивалента определяют, вводя в раствор подходящий индикатор и наблюдая за изменением окраски.

При выполнении анализа титрометрическим методом (карбонат, гидрокарбонат, хлорид, кальций, общая жесткость и др.) определение производят в стеклянных емкостях или пробирках вместимостью 15–20 мл, имеющих метки (5, 10, 20 мл) (рисунок 1.1). В процессе титрования раствор перемешивают стеклянной палочкой либо встряхиванием.

При анализе маломинерализованных вод целесообразно применять титрованные растворы с пониженной концентрацией (0,02–0,03 моль/л), которые могут быть получены соответствующим разбавлением более концентрированных титрованных растворов дистиллированной водой.

Пример. Для разбавления раствора с концентрацией 0,1 моль/л водой для получения раствора с концентрацией 0,02 моль/л, необходимо произвести разбавление в соотношении 1:4, для чего смешать 100 мл указанного раствора с 400 мл воды, при этом общее количество полученного разбавленного раствора с нужной концентрацией минимально составит 500 мл.



Рисунок 1.2 – Штатив для пробирок

Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативе (рисунок 1.2).

Требуемые объемы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, мерных пипеток или более простых дозирующих устройств – шприцов, калибровочных капельниц и др. (рисунок 1.3). Наиболее удобные для титрования – бюретки с краном.

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования, их герметично соединяют с резиновой грушей, используя соединительную резиновую трубку. **Запрещается заполнение пипеток растворами путем их всасывания!** Еще удобнее работать с пипетками, установленными на штативе (рисунок 1.4).

Колориметрический метод

Колориметрическим (от англ. color – цвет) называется метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного изменения потоков видимого света при их прохождении через исследуемый раствор и раствор сравнения. Анализ проводят на приборе фотометр марки «эксперт 003» (рисунок 1.5). Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводится в окрашенное соединение, после чего измеряется интенсивность полученного раствора.

Химические методы анализа с помощью колориметрии основаны на законе Бугера–Ламберта–Веера, который гласит,

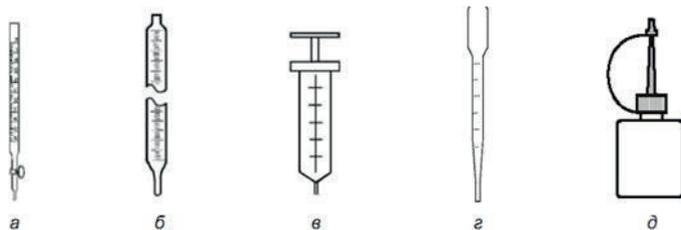


Рисунок 1.3 – Средства дозирования растворов: а – бюретка с краном; б – мерная пипетка; в – шприц-дозатор; г – пипетка-капельница простая полимерная; д – капельница-флакон

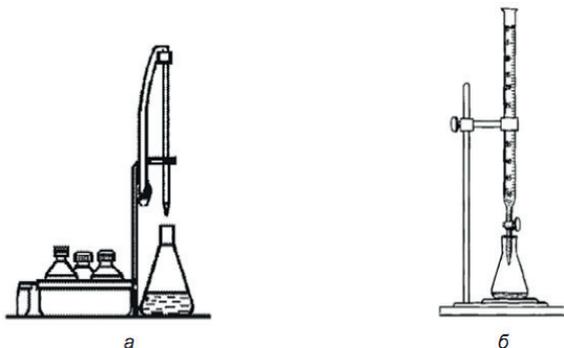


Рисунок 1.4 – Установки для титрования в штативах:
а – мерная пипетка, б – бюретка с краном

что интенсивность окраски зависит от концентрации окрашенного вещества в растворе и от толщины слоя жидкости и записывается следующим образом:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \times C \times l,$$

где A – оптическая плотность раствора; I_0 и I – интенсивность светового потока, падающего на раствор (I_0) и прошедшего через раствор (I); ε – коэффициент светопоглощения (величина, постоянная для данного окрашенного вещества); C – концентрация окрашенного вещества в растворе; l – толщина поглощенного светом слоя раствора (длина оптического пути), см.

Методы визуальной колориметрии в отличие от титриметрических методов, специалисты всегда относили к сигнальным методам, в лучшем случае – к поликоличественным.

При использовании фотоколориметров для колориметрирования проб оптическую плотность растворов-проб измеряют, как правило, в кюветах с длиной оптического пути 10 мм комплекса фотоколориметра.



Рисунок 1.5 – Универсальный фотометр марки «эксперт 003»

Необходимым этапом фотоколорического анализа является построение градуировочной характеристики, которая должна быть выполнена заблаговременно. Концентрация анализируемого вещества выводится автоматически на дисплей фотоколориметра.

1.4. Правила построения градуировочного графика при фотометрическом анализе [2]

Фотометрический анализ при контроле гальванических электролитов применяется для определения малых концентраций добавок и примесей, титриметрический анализ которых затруднён или нецелесообразен.

Распространёнными фотометрическими измерениями являются определения:

- солей хрома III в электролите хромирования и растворе хромирования;
- общего кобальта и никеля в электролитах твёрдого золочения, серебрения и нанесения сплава «никель-кобальт»;
- висмута в электролите нанесения сплава «олово-висмут»;
- палладия в активаторе для металлизации диэлектриков;
- примесей меди, железа и никеля в различных электролитах;
- турбидиметрическое определение сульфатов в электролите хромирования и в сульфатных электролитах для определения степени гидролиза сульфатов и пр.

Физико-химические методы анализа основаны на взаимосвязи между составом системы и ее физическими и физико-химическими свойствами. Функциональная зависимость между численным значением данного физического или физико-химического свойства и содержанием анализируемого вещества может быть выражена графиком или формулой. На рисунке 1.6 представлена зависимость отклика (поглощения) при некоторой длине волны, соответствующей концентрации железа (II) в водных растворах, содержащих лиганд, который дает интенсивную окраску с железом (II).

Основой для построения градуировочного графика является приготовление стандартных растворов.

Стандартные растворы необходимо готовить из аттестованных государственных образцов (ГСО). Если таковых не имеется, необходимо четко придерживаться основных требований к точности приготовления стандартных растворов:

- следует применять соединения квалификации не ниже ч.д.а. (чистый для анализа);
- недопустимо использовать реактивы с просроченным сроком годности;
- для приготовления стандартных растворов необходимо использовать только гостированную мерную посуду.

Особое внимание следует обратить на условия и сроки хранения растворов с содержанием вещества: 1 мг/см^3 хранят 1 год, $0,1 \text{ мг/см}^3$ – 3 месяца (если нет других указаний, а также, если нет помутнения, хлопьев, осадка), растворы с меньшим содержанием применяются свежеприготовленными. Стандартные растворы фильтровать не допускается.

Для определения содержания вещества методом градуировочного графика готовят 3 серии шкал стандартов. Указания по приготовлению шкалы стандартов конкретно оговорены в каждой методике.

При приготовлении параллельных шкал рабочие растворы готовят соответствующим разбавлением основного стандартного раствора, который готовится из одной взятой навески или ГСО.

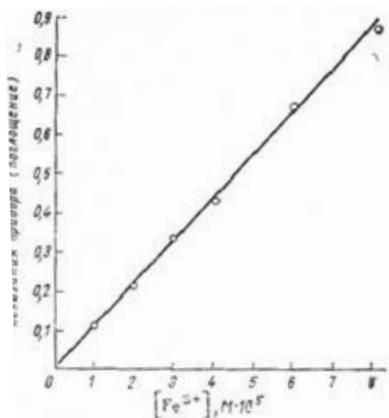


Рисунок 1.6 – Типичный калибровочный график прибора

Градуировочный график строят на миллиметровой бумаге или в электронной форме при помощи Excel, откладывая на оси абсцисс указанную в методике определенную концентрацию, а по оси ординат – измеренные значения оптической плотности.

Количественное значение оптической плотности для каждой точки градуировочного графика определяется как среднее арифметическое результатов параллельных измерений 3-х шкал.

С целью уменьшения погрешности графического измерения, необходимо подобрать такой масштаб графика, чтобы угол его наклона приблизительно равнялся 45° .

Градуировочный график должен нести следующую информацию:

- название определения;
- НД на метод проведения исследования;
- метод определения;
- марка КФК, его заводской номер;
- длина волны;
- длина рабочей грани кюветы;
- раствор сравнения (растворитель, нулевой раствор и т. д.), т. е. относительно чего снимались показания испытуемого раствора;
- дата построения;
- даты поверки;
- на графике должны присутствовать данные 3-х параллельных измерений и среднее арифметическое значение (в виде таблицы).

Градуировочный график строится один раз в год и после ремонта прибора. Поверка графика должна проводиться 1 раз в квартал (если нет других указаний в методике определения), а также после приготовления реактивов из новой партии, поверки прибора. Поверка проводится по 3-м точкам графика, наиболее часто встречающихся в работе концентраций. Данные поверки заносятся в журнал поверок градуировочных графиков или наносятся на обратную сторону графика в виде таблицы.

При построении градуировочного графика должна соблюдаться прямая зависимость между оптической плотностью и концентрацией. Прямолинейность графика сохраняется только в интервале концентраций, указанных в методике. Поэтому продлевать градуировочную прямую выше последней указанной в методике точки, недопустимо. Находить значение концентраций испытуемого раствора по градуировочному графику ниже первой точки графика не рекомендуется, т. к. это определение несет большую погрешность. В таком случае результат исследования следует записывать в виде «менее ... мг/дм³».

Несмотря на простоту и удобство, практическое использование градуировочных графиков в ряде случаев вносит дополнительную погрешность при определении концентрации растворов, как за счет субъективного построения графической зависимости, так и за счет несоответствия графических (масштабных) погрешностей и погрешностей измерения оптических плотностей. Поэтому для получения более объективных результатов в фотометрическом анализе целесообразно проводить построение градуировочного графика методом регрессивного анализа (уравнение регрессии).

Ниже приводится описание метода наименьших квадратов и пример построения уточнённого градуировочного графика на примере фотометрического определения железа.

В практике фотометрического анализа для построения градуировочных графиков и расчета коэффициентов уравнения регрессии используется метод наименьших квадратов, который имеет погрешность 1–5 % при доверительной вероятности 95 %.

Точная зависимость между концентрацией определяемого ингредиента (X) и оптической плотностью (Y) будет выражаться уравнением: $y = a + bx$, которое называется уравнением регрессии или уравнением градуировочного графика. На градуировочном графике – это уравнение прямой. Первая и последняя точка отрезка есть диапазон определения, регламентируемого данной методикой.

Метод расчётов коэффициентов a и b уравнения регрессии

Коэффициенты a и b определяются по следующим формулам:

$$a = 1/n (\sum y - b \sum x),$$

$$b = (\sum xy - n \bar{x} \bar{y}) / (\sum x^2 - n \bar{x}^2),$$

где \bar{x} и \bar{y} – средние значения x и y .

Для расчётов используются упрощённые выражения для сумм квадратов:

$$\sum U^2 = \sum (x - \bar{x})^2 = \sum x^2 - n \bar{x}^2 = \sum x^2 - (\sum x)^2 / n,$$

$$\sum V^2 = \sum (y - \bar{y})^2 = \sum y^2 - n \bar{y}^2 = \sum y^2 - (\sum y)^2 / n$$

$$\sum UV = \sum (x - \bar{x})(y - \bar{y}) = \sum xy - n \bar{x} \bar{y} = \sum xy - (\sum x \sum y) / n.$$

Используя упрощённые уравнения, получаем следующее выражение для расчёта коэффициента b :

$$b = \sum UV / \sum U^2.$$

После того как b найдено, его подставляют в уравнение для вычисления коэффициента a . Получив оба коэффициента, мы получаем уравнение уточнённой прямой градуировочного графика.

Пример расчёта

Рассмотрим построение градуировочного графика на примере фотометрического определения железа (II). Сведём полученные в результате измерения значения поглощений шести ($n = 6$) стандартных растворов в таблицу 1.1.

Таблица 1.1 – Значения поглощений шести ($n = 6$) стандартных растворов

x – концентрация стандартного раствора, моль/л (мг/л)	x_1 0,00001 (0,56)	x_2 0,00002 (1,12)	x_3 0,00003 (1,67)	x_4 0,00004 (2,23)	x_5 0,00006 (3,35)	x_6 0,00008 (4,47)
y – наблюдаемое поглощение, А	y_1 0,114	y_2 0,212	y_3 0,335	y_4 0,434	y_5 0,67	y_6 0,86

1. Рассчитываем суммы значений x , y и xy :
 $\sum x = x_1 + x_2 + \dots + x_6 = 0,00024$,
 $\sum y = y_1 + y_2 + \dots + y_6 = 2,633$,
 $\sum xy = x_1 * y_1 + x_2 * y_2 + \dots + x_6 * y_6 = 0,00014243$.
2. Рассчитываем \bar{x} и \bar{y} :
 $\bar{x} = \sum x / n = 0,00024 / 6 = 0,00004$,
 $\bar{y} = \sum y / n = 2,633 / 6 = 0,438833$,
3. Рассчитываем суммы $\sum x^2$ и $\sum y^2$:
 $\sum x^2 = x_1^2 + x_2^2 + \dots + x_6^2 = 0,0000000130$,
 $\sum y^2 = y_1^2 + y_2^2 + \dots + y_6^2 = 1,560845$.
4. Рассчитываем выражения для сумм квадратов:
 $\sum U^2 = \sum x^2 - (\sum x)^2 / n = 0,0000000130 - (0,00024)^2 / 6 = 0,0000000034$,
 $\sum V^2 = \sum y^2 - (\sum y)^2 / n = 1,560845 - (2,633)^2 / 6 = 0,4053968$,
 $\sum UV = \sum xy - (\sum x \sum y) / n = 0,00014243 - (0,00024 * 2,633) / 6 = 0,00003711$.
5. Рассчитываем коэффициенты a и b :
 $b = \sum UV / \sum U^2 = 0,00003711 / 0,0000000034 = 10914,70588$,
 $a = 1/n (\sum y - b \sum x) = 1/6 (0,00024 - 10914,70588 * 0,00024) = 0,002245098$.

Тогда уравнение регрессии имеет следующий вид:

$$y = 0,002245098 + 10914,70588x.$$

Используя полученное уравнение регрессии, рассчитываем уточнённые значения (таблица 1.2) поглощения для каждого стандартного раствора для построения градуировочного графика.

Таблица 1.2 – Уточнённые значения поглощения для каждого стандартного раствора

x – концентрация стандартного раствора, моль/л	0,00001	0,00002	0,00003	0,00004	0,00006	0,00008
y – уточнённые значения поглощения, А	0,111	0,221	0,330	0,439	0,657	0,875

По уточнённым данным строим градуировочный график (рисунок 1.7).

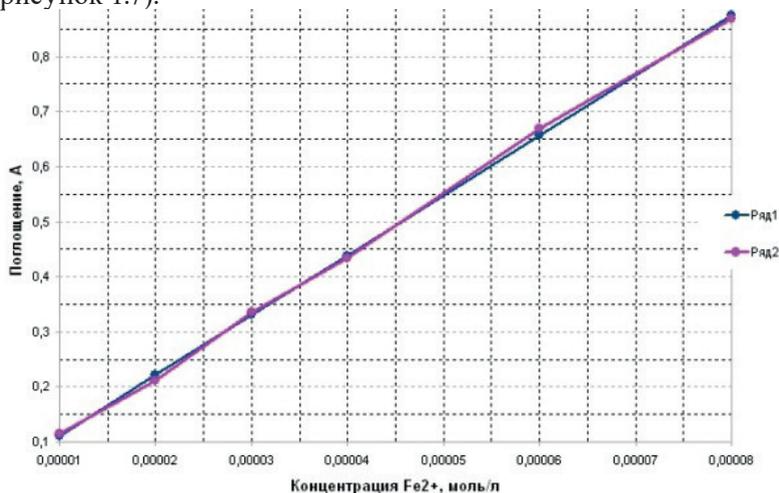


Рисунок 1.7 – Градуировочный график по уточненным данным: ряд 1 построен по данным измерения поглощения стандартных растворов железа II; ряд 2 – по данным, уточнённым методом наименьших квадратов

Также можно выразить концентрацию измеряемого компонента x из уравнения регрессии и производить расчёты напрямую, без построения графика, в нашем случае это будет уравнение:

$$x = -0,00000020569 + 0,00009161951y.$$

Методы определения показателей качества воды приведены в таблице 1.3.

Таблица 1.3 – Методы определения показателей качества воды [1]

Наименование определенного показателя	Метод определения
Аммоний (NH ₄)	Визуально-колориметрический; фотоколориметрический
Водородный показатель (рН)	Визуально-колориметрический

Продолжение табл. 1.3

Наименование определенного показателя	Метод определения
Гидрокарбонат (HCO_3^-)	Титриметрический
Железо общее (Fe^{2+} Fe^{3+})	Визуально-колориметрический; фотоколориметрический
Кальций (Ca^{2+})	Титриметрический
Карбонат (CO_3^{2-})	Титриметрический
Карбонатная жесткость (сумма ионов HCO_3^- , CO_3^{2-})	Расчетный
С фотометром	
Магний (Mg^{2+})	Расчетный
Натрий (Na^+)	Расчетный
Нитрат (NO_3^-)	Визуально-колориметрический
Нитрит (NO_2^-)	Фотоколориметрический
Общая жесткость (сумма эквивалентов катионов Ca^{2+} и Mg^{2+})	Титриметрический
Сумма тяжелых металлов	Визуально-колориметрический
Сухой остаток	Расчетный
Сульфат (SO_4^{2-})	Титриметрический
Фторид (F^-)	Визуально-колориметрический
Хлорид (Cl^-)	Титриметрический
Растворенный кислород	Титриметрический; метод Винклера
С фотометром	
Фосфор в различных формах (по PO_4^{3-})	Визуально-колориметрический, фотоколориметрический

ГЛАВА 2. ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТА ВОДЫ

Практическая работа 1

Цель занятия: научиться проводить анализ и оценивать качество воды.

План занятия: определить органолептические свойства воды (вкус, запах, прозрачность, мутность, цветность).

2.1. Определение запаха воды [3]

1. Заполните колбу водой на треть объема и закройте пробкой (рукой).
2. Взболтайте содержимое колбы.
3. Откройте колбу и осторожно, неглубоко вдыхая воздух, сразу же определите характер и интенсивность запаха. Если запах не ощущается или запах неотчетливый, испытание можно повторить, нагрев воду в колбе до температуры 60 °С (подержав колбу в горячей воде). Интенсивность запаха определите по 5-балльной системе согласно таблице 2.1.

Таблица 2.1 – Интенсивность запаха воды

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха
Нет	Запах не ощущается	1
Очень слабая	Запах сразу не ощущается, но обнаруживается при тщательном исследовании (при нагревании воды)	2
Слабая	Запах замечается, если обратить на него внимание	3
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	4
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от питья	
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной для питья	5

Характер запаха определите по данным таблицы 2.2.

Таблица 2.2 – Определение запаха

Запах «естественного» происхождения	Запах «искусственного» происхождения
Неотчетливый (или отсутствует)	Неотчетливый (или отсутствует)
Землистый	Нефтепродуктов (бензиновый)
Гнилостный	Хлорный
Торфяной	Уксусный
Травянистый	
Другой (укажите, какой)	Другой (укажите, какой)

2.2. Определение цветности воды [4]

Цветность воды зависит от присутствия растворённых в воде химических веществ, имеющих цвет, либо от наличия в воде микроорганизмов. В соответствии с гигиеническими требованиями, питьевая вода не должна иметь цветность и содержать различные невооружённым глазом водные организмы и поверхностную плёнку.

Первый метод определения цветности воды. Определение цветности можно проводить с помощью фотоколориметра, но наиболее простым способом является визуальная оценка с помощью шкалы цветности, при этом цветность воды измеряется в условных градусах цветности. Шкала цветности представляет набор цилиндров объёмом 100 мл, заполненных эталонным раствором окрашивающего вещества различного разведения. В качестве эталона используют хромово-кобальтовый раствор. Исходный хромово-кобальтовый эталонный раствор (0,0875 г двуххромовокислого калия $K_2Cr_2O_7$ и 2 г сернокислого кобальта $CoSO_4$ на 1 л дистиллированной воды с добавлением 1 мл химически чистой серной кислоты H_2SO_4 удельного веса 1,84) имеет максимальную цветность – 500° цветности. Разведение исходного эталонного раствора бесцветным водным раствором в соотношениях, приведённых в таблице 2.3, даёт шкалу цветности.

Для определения цветности 100 мл испытуемой воды налить в колориметрический цилиндр, сравнить её окраску с окраской эталонов шкалы цветности при рассматривании воды в цилиндре сверху вниз через столб воды на белом фоне и определить цветность исследуемой воды в градусах цветности, выбрав эталон с водой, имеющий идентичную интенсивность окрашивания. Гигиеническое заключение о качестве исследуемой пробы воды делается на основании сравнения ее с гигиеническим нормативом: цветность питьевой воды допускается не более 20° (35°) при централизованном, и 30° – при нецентрализованном водоснабжении.

Приготовление цветовой шкалы (таблица 2.3). Цветовая шкала готовится из двух растворов: 1) в 1 л воды 0,0875 г $K_2Cr_2O_7$, 2 г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ и 1 мл H_2SO_4 удельного веса 1,84 г/мл. Этот раствор является исходным и отвечает цветности 5000; 2) содержит в 1 л 1 мл H_2SO_4 удельного веса 1,84 г/мл. Растворы стабильны в течение 6 месяцев. Шкалу цветности получают смешением растворов № 1 и № 2 в определенных соотношениях. Полученные растворы стабильны в течение 1 месяца.

Таблица 2.3 – Шкала цветности

Раствор № 1, мл	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11
Раствор № 2, мл	100	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86	86
Градусы цветности	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70	80

Порядок проведения определения

Заполняют 11 стандартных измерительных трубок до отметки растворами шкалы цветности и одну стандартную трубку исследуемым раствором. Помещают измерительные трубки на белую поверхность так, чтобы свет отражался вверх через колонки жидкостей. Цвет определяют, смотря вертикально вниз через колонки жидкости. Результат записывают в градусах цветности.

Второй метод определения цветности воды [3]

1. Заполните колбу на две трети частью водой.
2. Определите цветность воды, рассматривая колбу сверху на белом фоне при достаточном освещении (дневном, искусственном).

Подчеркните наиболее подходящий оттенок либо заполните свободную строку в таблице 2.4.

Таблица 2.4 – Шкала цветности

Цветность воды
Слабо-желтоватая
Светло-желтоватая
Желтая
Интенсивно желтая
Коричневая
Красно-коричневая
Другая (укажите, какая)

2.3. Определение мутности воды [3]

Мутность воды измеряют турбидиметрическим методом, используя фотометрическое измерение ослабления интенсивности проходящего света. Величину мутности находят, сравнивая ее с мутностью стандартных суспензий. В качестве стандарта выбраны суспензии аморфного диоксида кремния. Жёлтый или другой цвет пробы воды не влияет на определение, поскольку фотометрирование проводят при зеленом светофильтре и по отношению к воде, имеющей близкую окраску.

Качественно мутность характеризуется словами: прозрачная, слабо опалесцирующая, опалесцирующая, слабо мутная, мутная, очень мутная. Количественно – по содержанию в воде взвешенных веществ, выраженных в мг/л. При этом пробирку с исследуемой водой сравнивают со стандартными ампулами суспензии каолина.

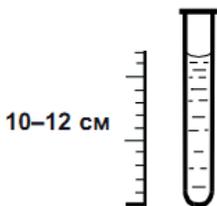


Рисунок 2.1 – Заполнение пробирки водой

Таблица 2.5 – Шкала мутности

<i>Мутность воды</i>
Прозрачная
Слабо мутная
Мутная
Очень мутная

В полевых условиях пробирку диаметром 14–16 мм из бесцветного стекла наполняют анализируемой водой до высоты 10–12 см (рисунок 2.1) и рассматривают на черном фоне (рисунок 2.2). Мутность воды не должна превышать 1,5 мг/л, как исключение – до 2 мг/л. Выберите нужное по таблице 2.5.



При определении вкуса и привкуса воду не проглатывать!



Рисунок 2.2 – Помещение пробирки на черный фон

2.4. Вкус воды [1]

Вкус воды определяется только при уверенности, что она безопасна (отсутствуют ядовитые вещества и бактериальное загрязнение). Полость рта ополаскивают 10 мл исследуемой воды и, не проглатывая её, определяют вкус (солонватый, горький, кислый, сладкий); привкус может быть рыбным, металлическим, неопределённым.

Интенсивность вкуса и привкуса характеризуется по 5-бальной шкале (ГОСТ 3351) (таблица 2.6).

Таблица 2.6 – Определение характера интенсивности вкуса и привкуса воды [1]

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер проявления вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса
Нет	Вкус и привкус не ощущается	0
Очень слабая	Вкус и привкус не ощущается, но обнаруживается при тщательном тестировании	1
Слабая	Вкус и привкус замечается, если обратить на это внимание	2
Заметная	Вкус и привкус замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о качестве воды	3
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздерживаться от употребления	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

2.5. Прозрачность воды [5]

Прозрачность воды зависит от количества механических взвешенных нерастворимых в воде частичек (мути), химических соединений (например, гидрата окиси железа) или присутствия микроорганизмов и фитопланктона.

Прозрачность воды определяется обычно по высоте столба воды, через который можно прочесть текст, напечатанный стандартным шрифтом Снеллена. Высота столба воды, измеряемая в сантиметрах, указывает на степень её прозрачности. Исследуемую воду следует взболтать и налить доверху

в специальный градуированный стеклянный цилиндр высотой 30 см с плоским дном и выпускным краном у дна, на который надет резиновый наконечник с зажимом. Под цилиндр на высоте 4 см от его дна поместить шрифт Снеллена и попытаться различить буквы через столб воды в цилиндре. Если вода мутная, и шрифт прочесть не удаётся, то с помощью зажима на резиновом наконечнике цилиндра нужно постепенно сливать воду в чашку Петри до тех пор, пока буквы шрифта станут различимыми. Отметить высоту столба воды в цилиндре, при которой возможно чтение шрифта Снеллена. Питьевая вода должна иметь прозрачность не ниже 30 см. При прозрачности 20–30 см высоты водного столба воды признаётся слабо мутной, 10–20 см – мутной, менее 10 см – очень мутной.

Степень прозрачности воды можно характеризовать также её обратной величиной – мутностью. Количественно мутность определяется с помощью специального прибора – мутномера, в котором исследуемую воду можно сравнить с эталонным раствором, приготовленным из инфузорной земли или каолина на дистиллированной воде. Мутность воды выражается в миллиграммах взвешенного вещества на 1 л воды.

2.6. Определение температуры воды [6]

Температура природных вод обуславливается в основном природными факторами и имеет явно выраженный сезонный характер. Наибольшей динамике подвержена температура самых верхних слоев воды открытых водных бассейнов. Колебания температуры грунтовых вод незначительны.

Выполнение работы

При замерах температуры воды в насосных установках термометр погружают в струю стекающей воды. Отсчеты проводят, не вынимая термометр из струи воды. При отдельных измерениях термометр помещают на 3–5 минут в большой сосуд с водой. Температуру воды, вытекающей из водопроводного крана, измеряют, не вынимая термометр из струи воды.

ГЛАВА 3. ГИДРОХИМИЧЕСКИЕ ПОКАЗАТЕЛИ ВОДЫ

Гидрохимические показатели воды – это рН, содержание кислорода, минерализация (сухой остаток, карбонаты, гидрокарбонаты, сульфаты, хлориды, фториды, общая жесткость, катионы кальция, магния, калия, натрия), биогенные элементы (аммоний, нитраты, фосфаты, железо).

Минерализация – суммарное содержание всех найденных при химическом анализе минеральных веществ, обычно выражается в мг/дм³. Минерализацию обычно характеризуют двумя определенными показателями: сухим остатком (мг/дм³) и жесткостью.

3.1. Определение сухого остатка [5]

Практическая работа

Сухой остаток воды это то, что остается от выпаривания одного литра воды. Метод включает фильтрование, выпаривание и высушивание остатка при 110 °С до постоянной массы.

По санитарному нормативу в питьевой воде сухой остаток не должен быть более 1000 мг/л, как исключение – до 1500 мг/л.

Метод 1. Определение сухого остатка с помощью выпаривания на водяной бане

Оборудование

1. Сушильный шкаф.
2. Эксикатор.
3. Весы.
4. Беззольный фильтр.
5. Колба коническая на 250 мл.
6. Чашка фарфоровая.
7. Воронка для фильтрования.
8. Водяная баня.

Выполнение работы

На рисунке 3.1 показана емкость, в которой будет выпариваться на водяной бане испытуемый образец. Перед этим

его 2 часа выдерживают в сушильном шкафу при температуре 110 °С до постоянной массы, затем охлаждают в эксикаторе и взвешивают на весах. Затем наливают 200–500 см³ отфильтрованной воды в фарфоровую емкость.



Рисунок 3.1 – Выпаривание воды на водяной бане

После выпаривания последней пробы воды, чашку с содержимым высушивают при температуре 110 °С в термостате постоянной массы.

Расчет производится по формуле:

$$X = \frac{(m - m_1) \cdot 1000}{V},$$

где m – значение массы емкости с сухим остатком, мг; m_1 – значение массы пустой емкости, мг; V – количество воды, взятой для испытания, см³.

При использовании данного метода результаты получаются несколько завышенными. Происходит это из-за высокой гигроскопичности и гидролиза хлорида магния и кальция, трудной передачи воды сульфатами магния и кальция. Этот недостаток устраняется добавлением чистого карбоната натрия к испытуемому образцу. В результате добавления хлориды магния и кальция переходят в безводные карбонаты. Для того чтобы удалить полностью кристаллизационную воду, полученный сухой остаток сушат в термостате при температуре 160–180 °С до постоянной массы.

Метод 2. Определение сухого остатка с использованием раствора соды

Предварительно отфильтровывается вода с использованием бумажных фильтров. Высушенные до постоянной массы чашки ставятся на водяную баню, где выпаривают отобранные для испытания 200–500 см³ воды. После внесения последней порции воды пипеткой вносят 25 см³ 1 %-ного раствора натрия углекислого из расчета, чтобы вес добавленной соды был приблизительно в два раза больше веса сухого остатка, который предполагается получить.

При необходимости дальнейшего выпаривания содержимое в чашке периодически перемешивают, чтобы разрушить образующуюся корку. Перемешивание осуществляют стеклянной палочкой. Затем дистиллированной водой обмывают палочку. Далее полученный сухой остаток с содой в чашке помещается в термостат и сушится при температуре 150 °С до образования постоянной массы. Время высушивания образца воды составляет от 2 до 5 часов.

Затем вычисляют разность по весу между емкостью с полученным сухим остатком и изначальным весом соды и чашки (в 1 см³ содового раствора содержится 10 мг Na₂CO₃). Эта разность определяет количество сухого остатка в испытуемом количестве воды.

Количество сухого остатка (X), мг/дм³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m - (m_1 + m_2) \cdot 1000}{V},$$

где m – значение массы емкости с сухим остатком, мг; m₁ – значение массы пустой емкости, мг; m₂ – значение массы прибавленной соды, мг; V – количество воды, взятой для испытания, см³.

С гигиенической точки зрения значение данного показателя состоит в том, что технически возможна корректировка используемой воды (установка и использование систем фильтрации) с понижением степени минерализации.

Сбалансированным считается вкус, когда общее солесодержание составляет до 600 мг/л. Питьевая вода должна быть минерализована не более чем на 1 г/л. При содержании в воде солей более 1 г/л она непригодна для питья, так как имеет специфический горько-солёный вкус. Кроме того, при постоянном употреблении такой воды происходят неблагоприятные физиологические изменения в организме: усиливается моторная и секреторная функции желудка и кишечника, увеличивается гидрофильность тканей, в жаркую погоду происходит перегрев организма. Такая вода способствует нарушению обмена веществ и может являться одной из причин образования камней.

Получить безопасную и качественную продукцию можно только при использовании хорошо очищенной воды.

3.2. Измерение водородного показателя воды (рН) [1]

Определение рН визуально-колориметрическим методом основано на реакции водородных ионов с универсальным индикатором в водной среде. Значения рН анализируемой воды определяют по окраске пробы, визуально сравнивая ее с окраской образцов на контрольной шкале.

Оборудование и реактивы

Пипетка-капельница полимерная на 1 мл; пробирка колориметрическая с меткой 5 мл.

Раствор универсального индикатора. Например, лакмус имеет красную окраску в кислой среде ($pH < 7$) и синюю – в щелочной ($pH > 7$).



Рисунок 3.2– Объем воды в пробирке

Выполнение анализа

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку анализируемую воду до метки 5 мл (рисунок 3.2).

Добавьте пипеткой-капельницей 3–4 капли (около 0,10 мл) раствора универсального индикатора и встряхните пробирку (рисунок 3.3).

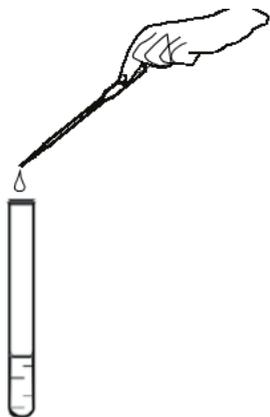


Рисунок 3.3 – Добавление пипеткой каплями универсального индикатора.

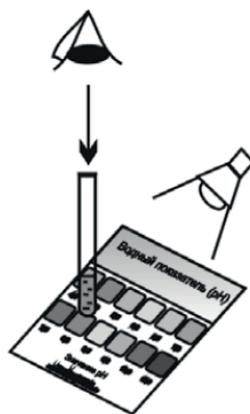


Рисунок 3.4 – Установка пробирки на белое поле контрольной шкалы

Окраску раствора сразу же сравните с контрольной шкалой, выбирая ближайший по характеру окраски образец шкалы (рисунок 3.4). Окраску наблюдайте сверху через открытое отверстие пробирки на белом фоне при достаточном освещении.

Измерение водородного показателя воды (рН) потенциометрическим методом

Водородный показатель рН – это величина, которая характеризует содержание ионов водорода, равная обратному логарифму концентрации водородных ионов: $pH = -\lg C(H^+)$. Таким образом, вода с показателем рН, равным 7, имеет 10^{-7} моль на литр ионов водорода, а вода с $pH = 6-10^{-6}$ моль на литр. Шкала значений рН лежит в диапазоне от 0 до 14. Если вода абсолютно чистая, то за счет диссоциации молекул воды в ней возникает 10^{-7} моль на литр ионов водорода и столько же ионов гидроксидов, поэтому такая вода имеет нейтральную среду. В целом вода с рН меньше 7 считается кислой, а с рН больше 7 – щелочной. Нормальный диапазон рН для поверхностных водных систем лежит в пределах от 6,5 до 8,5, а для подземных систем – от 6 до 8,5.



Рисунок 3.5 – Внешний вид рН-метра

Цель работы: научиться определять водородный показатель воды (рН) потенциометрическим методом с помощью стеклянного электрода, работать на рН-метре (рисунок 3.5). Научиться готовить стандартные буферные растворы, и проводить измерения рН.

Приборы и реактивы

1. рН-метр, рН-150 МИ.
2. Мешалка магнитная ПЭ-6110.
3. Перемешивающий стержень.
4. Стакан химический на 100 мл.
5. Промывалка.
6. Пинцет.
7. Буферные растворы для контроля рН (6,86; 4,01; 9,18).

Известны вещества-индикаторы, которые меняют окраску в зависимости от характера среды. Например, лакмус имеет красную окраску в кислой среде ($pH < 7$) и синюю – в щелочной ($pH > 7$).

Методика выполнения измерений рН

Внимательно ознакомьтесь с принципом действия рН-метра-милливольтметра и правилами работы на нем.

- Включите прибор.
- Прогрейте прибор в течение 30 мин.
- Установите ручку термокомпенсатора 1 в положение, соответствующее комнатной температуре ($\approx 20\text{ }^{\circ}\text{C}$).
- Выберите режим работы: измерение «рН».
- Проверьте правильность настройки рН-метра-милливольтметра по «буферному» раствору, значение рН которого

лежит в рабочем диапазоне, т. е. близко по значению к величине рН исследуемых растворов.

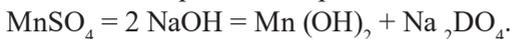
Буферный раствор объемом 50 см³ помещают в химический стакан вместимостью 100 см³. Электроды промывают дистиллированной водой, обмывают буферным раствором и погружают в стакан с буферным раствором на глубину 15–20 мм, при этом шарик стеклянного измерительного электрода необходимо полностью погрузить в раствор, а солевой контакт электрода должен быть погружен на глубину 5–6 мм. Одновременно в стакан погружают термокомпенсатор. Отсчет величины рН по шкале прибора проводят, когда показания прибора не будут изменяться более чем на 0,2 единицы рН в течение одной минуты. Если измеренное значение рН отличается не более чем на $\pm 0,1$ от значения рН буферного раствора, то настройку прибора не проводят, если результат отличается более чем на $\pm 0,1$ от значения рН буферного раствора, то прибор настраивают в соответствии с инструкцией.

- Проведите измерение рН анализируемой пробы воды. Анализируемую пробу объемом 50 см³ помещают в химический стакан вместимостью 100 см³. Электроды промывают дистиллированной водой, обмывают исследуемой водой и погружают в стакан с анализируемой пробой на глубину 15–20 мм. Отсчет величины рН по шкале прибора проводят, когда показания прибора не будут изменяться более чем на 0,2 единицы рН в течение одной минуты, через минуту измерение повторяют, если значения рН отличаются не более чем на $\pm 0,2$, то за результат анализа принимают среднее арифметическое значение.
- После измерений электроды ополаскивают дистиллированной водой и промокают фильтровальной бумагой или мягкой тканью и погружают их в стаканчик с дистиллированной водой.

Буферные растворы готовятся в соответствии с межгосударственным ГОСТ 4919.2–77 (СТ СЭВ 808–77) Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов (с изменением № 1).

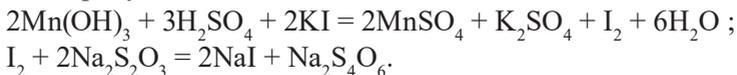
3.3. Определение растворенного кислорода по Винклеру [7]

Сущность метода. Метод основан на использовании растворенного кислорода, содержащегося в определенном объеме воды, для окисления гидроксида марганца в оксид марганца. К исследуемой воде добавляют хлорид или сульфат марганца и гидроксид натрия для того чтобы получить легко окисляющийся осадок гидроксида марганца:



Гидроксид марганца окисляется кислородом в оксид марганца:
 $2\text{Mn}(\text{OH})_2 + \text{O}_2 = \text{Mn}_2\text{O}_3 + 2\text{H}_2\text{O}.$

Гидроксид марганца, в свою очередь, окисляет в кислой среде KI с образованием свободного йода в количестве, эквивалентном кислороду:



Предел обнаружения растворенного кислорода по этому методу составляет 0,05 мг/л.

Оборудование и реактивы

1. Слянки с притертой пробкой на 120 мл.
2. Пипетки на 1 мл, 2 мл.
3. Конические колбы на 250 мл.
4. Бюретка для титрования.
5. Сульфат или хлорид марганца (II) раствор. Для приготовления раствора 200 г $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (или 240 г $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, или 182 г $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, или 212,5 г $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 0,5 л. Фильтруют через бумажный фильтр. В кислой среде при добавлении KI разбавленный раствор не должен выделять свободного йода.
6. Щелочной раствор KI: а) 75 г KI растворяют в 50 мл дистиллированной воды. При подкислении разбавленный раствор не должен выделять йод; б) 250 г NaOH или 350 г KOH

растворяют в 250 мл дистиллированной прокипяченной воды (для удаления CO_2). Оба раствора смешивают и доводят объем до 0,5 л.

7. Серная кислота (пл. 1,84 г/мл), разбавленный раствор 1:1.
8. Тиосульфат натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,02 н.
9. Крахмал, 1 %-ный раствор.

Материал – вода водоема.

Ход работы

Пробы воды отбирают в прокальброванные стеклянные емкости с притертой пробкой вместимостью 120 мл. Слянки опускают на глубину 0,5 м, вынимают и сразу закрывают пробкой, чтобы под пробкой не образовались пузырьки воздуха. После этого сразу же на месте отбора фиксируют кислород, для чего в слянки при помощи пипетки на 1 мл, погружая ее до дна, вносят 1 мл раствора MnSO_4 или MnCl_2 . Другой такой пипеткой в верхнюю часть слянки вносят 1 мл щелочного раствора KI . Излишек жидкости из слянки стекает через край на подставленную чашку Петри. Слянку осторожно закрывают пробкой, слегка наклонив ее, при этом из слянки выливают 2 мл исследуемой воды, т. е. столько, сколько налили реактивов. В слянке не должно оставаться пузырьков воздуха. Слянка не должна оставаться открытой. Затем жидкость перемешивают перевертыванием.

Перед титрованием (осадок должен хорошо осесть) приливают 2 мл H_2SO_4 (1:1). Раствор H_2SO_4 вносят пипеткой в нижнюю часть слянки, при этом часть жидкости переливается через край. Закрывают слянку пробкой по тем же правилам и перемешивают до растворения осадка $\text{Mn}(\text{OH})_3$.

После этого всю пробу переливают в коническую колбу для титрования вместимостью 250 мл и титруют 0,02 н раствором тиосульфата натрия при непрерывном помешивании до слабо-желтого цвета, после чего прибавляют 1 мл раствора крахмала и титруют до исчезновения синей окраски.

Расчет содержания растворенного кислорода в воде X (мг/л) производится по формуле:

$$X = \frac{V_T \cdot H \cdot K \cdot \varepsilon_{O_2}}{V_{\text{пробы}} - V_1} \cdot 1000,$$

где V_T – объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, см³; H – концентрация тиосульфата натрия; $V_{\text{пробы}}$ – объем пробы в склянке, см³; V_1 – объем реактивов, добавленный до образования $Mn(OH)_2$, см³; 1000 – коэффициент для перевода от граммов к миллиграммам.

Или по упрощенной формуле:

$$X = \frac{AK160}{120-2},$$

где K – поправочный коэффициент.

3.4. Определение содержания растворенного кислорода йодометрическим методом [5]

В настоящей методике устанавливается порядок определения массовой концентрации растворённого кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод в диапазоне от 1,0 до 15,0 мг/дм³ титриметрическим методом.

Принцип метода. Титриметрический метод определения массовой концентрации растворенного кислорода основан на его реакции с гидроксидом марганца в щелочной среде. Последний количественно связывает кислород, переходя при этом в соединение марганца. При подкислении пробы в присутствии избытка иодида калия образуется йод, количество которого эквивалентно содержанию растворенного кислорода и определяется титрованием раствором тиосульфата натрия.

Оборудование и реактивы

1. Колбы мерные, наливные, на 100 и 500 см³.
2. Пипетки на 1, 2, 5, 10, 50 см³.
3. Микробюретки.

4. Колбы конические на 250 см³.
5. Слянки с притертыми пробками для проб воды вместимостью 100, 200 и 500 см³.
6. Раствор хлорида или сульфата марганца.
7. Щелочной раствор йодида калия или йодида натрия.
8. Стандартный раствор тиосульфата натрия.
9. Раствор соляной кислоты 2:1 или раствор серной кислоты 1:4.
10. Крахмал растворимый.

Материал: природные и очищенные сточные воды.

Устранение мешающих влияний

Влияние взвешенных и окрашенных веществ устраняют предварительным осаждением их с гидроксидом алюминия.

Ход работы

1. В склянку с пробой воды вводят отдельными пипетками 1 см³ (при вместимости склянки до 150 см³) или 2 см³ (при вместимости более 150 см³) раствора хлорида (сульфата) марганца и 1 или 2 см³ щелочного раствора йодида калия (при вместимости склянки до 150 см³ и более 150 см³ соответственно). Пипетку погружают каждый раз до половины склянки и по мере выливания раствора поднимают вверх. Затем быстро закрывают склянку стеклянной пробкой таким образом, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха, и содержимое тщательно перемешивают 15–20-кратным переворачиванием склянки до равномерного распределения осадка в воде. Склянки с зафиксированными пробами помещают в темное место для отстаивания (не менее 10 мин). После того как отстоявшийся осадок будет занимать менее половины высоты склянки, к пробе приливают 5 или 10 см³ (в зависимости от вместимости склянки) раствора соляной кислоты, погружая при этом пипетку до осадка (не взмучивать) и медленно поднимая ее вверх по мере опорожнения. Вытеснение из склянки части прозрачной жидкости для анализа

значения не имеет. Слянку закрывают пробкой, и содержимое тщательно перемешивают. Отбирают 50 см³ раствора, переносят его в колбу для титрования и титруют стандартным раствором тиосульфата натрия до тех пор, пока он не станет светло-желтым. Затем прибавляют 1 см³ свежеприготовленного раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию растворенного в воде кислорода находят по формуле:

$$C_x = \frac{8,0 \cdot C_T \cdot V_T \cdot V \cdot 1000}{50 \cdot (V - V_1)},$$

где C_x – массовая концентрация растворенного кислорода в анализируемой пробе воды, мг/дм³; C_T – концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³; V_T – объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³; V – вместимость кислородной склянки, см³; V_1 – суммарный объем растворов хлорида марганца и йодида калия, добавленных в склянку при фиксации растворенного кислорода, см³; 8,0 – масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

3.5. Определение общей жесткости воды [7]

Сущность метода. Общую жесткость определяют комплексометрическим методом. В качестве комплексона используют натриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (трилон Б). Метод основан на том, что трилон Б образует при pH 10 прочные комплексные соединения сначала с ионами кальция, затем с ионами магния. Когда в анализируемую воду вводят индикатор – эриохром черный Т или хромоген, они образуют с ионами магния вишнево-красное комплексное соединение. При титровании трилон Б, соединяясь с ионами кальция, а затем с ионами магния, вытесняет индикаторы, которые в свободной форме имеют синюю окраску.

Реактивы и оборудование

1. Аммонийный буферный раствор: 20 г хлорида аммония, 100 мл 25 % раствора аммиака смешивают и доводят дистиллированной водой до 1 дм³.
2. Трилон Б, раствор с концентрацией 0,05 моль-экв/дм³ (9,31 г трилона Б на 1 дм³).
3. Индикаторная смесь (эриохром черный Т или хромоген).
4. Мерная колба или пипетка на 50 см³.
5. Конические колбы для титрования, бюретка.

Ход определения

В колбу для титрования вносят пипеткой 100 см³ исследуемой воды, прибавляют 5 см³ аммонийного буферного раствора, 0,1–0,2 г сухой индикаторной смеси. Полученный раствор титруют при энергичном перемешивании раствором трилона Б (0,05 моль-экв/дм³) до перехода окраски от винно-красной через лиловую к чисто-голубой в точке эквивалентности. При добавлении избытка трилона Б окраска не меняется, поэтому в качестве эталона может служить оттитрованная ранее проба.

Расчет

Общую жесткость ($X_{\text{общ}}$) в ммоль-экв/дм³ находят по формуле:

$$X_{\text{общ}} = \frac{V_T \cdot N_T \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

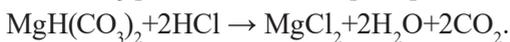
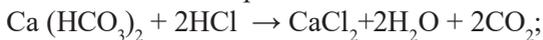
где V_T – объем раствора титранта трилона Б, см³; N_T – концентрация раствора трилона Б, моль-экв/дм³; $V_{\text{пробы}}$ – объем пробы воды, см³; 1000 – коэффициент для перехода от моль-экв. к ммоль-экв.

3.6. Определение карбонатной жесткости воды [7]

Цель работы: определить содержание гидрокарбонатов кальция и магния.

Сущность метода: жесткость воды – мера содержания в ней солей. Карбонатную жесткость, обусловленную присутствием в воде растворимых двууглекислых солей кальция и магния,

определяют титрованием пробы воды соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого:



Реактивы и посуда

1. Соляная кислота 0,1N раствор.
2. Метилоранжевый.
3. Коническая колба на 250 мл.
4. Бюретка на 25 мл.
5. Электрическая плитка.
6. Пипетка на 100 мл.

Ход определения

В коническую колбу пипеткой наливают 100 мл исследуемой воды, прибавляют 2–3 капли метилового оранжевого, титруют 0,1N раствором соляной кислоты до появления слабого розового окрашивания и кипятят 3 мин. Если раствор при кипячении приобретает желтую окраску, прибавляют еще соляной кислоты до слабо-розовой окраски и снова кипятят в течение 2 мин.

Расчет

Карбонатную жесткость рассчитывают по формуле:

$$Ж_k = \frac{V \cdot N}{100} \cdot 1000 \text{ мг-экв/л,}$$

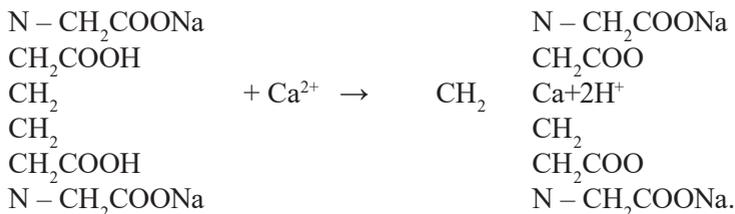
где $Ж_k$ – карбонатная жесткость, мг-экв/л; V – объем израсходованного 0,1N раствора соляной кислоты, мл; N – нормальность соляной кислоты.

Определение карбонатной жесткости воды позволяет сравнить полученные показатели с таковыми по СанПиН 2.1.4.1074–01. Качество питьевой воды должно соответствовать гигиеническим нормативам перед ее поступлением в распределительную сеть, а также в точках водоразбора наружной и внутренней водопроводной сети. Если отмечается несоответствие, то воду в обязательном порядке отправляют на водоподготовку.

3.7. Определение общей жесткости воды комплекснометрическим методом [8]

Цель работы: определить содержание ионов кальция и магния.

Сущность метода: в основе метода лежит способность катионов образовывать с трилоном Б прочные комплексные соединения, растворимые в воде:



Реактивы и посуда:

1. Раствор трилона Б 0,05Н.
2. Аммиачно-буферный раствор (20 г хлористого аммония помещают в 1 л мерную колбу и растворяют в 300 мл дист. воды, добавляют 100 мл раствора аммиака и доводят объем до метки).
3. Индикатор – кислотный хром темно-синий (0,25 г индикатора и 25 г хлористого натрия растирают в ступке и перемешивают).
4. Коническая колба на 250 мл.
5. Пипетка.
6. Бюретка на 25 мл.

Ход определения

В коническую колбу вносят пипеткой 100 мл анализируемой промышленной воды, добавляют 5 мл аммиачно-буферного раствора и несколько кристаллов индикатора. Пробу титруют раствором трилона Б из бюретки, энергично встряхивая колбу. После появления красно-фиолетовой окраски титрование ведут медленно до появления синего окрашивания.

Расчет

Жесткость воды рассчитывают по формуле:

$$Ж_{общ} = \frac{V_2 \cdot N}{V_1} \cdot 1000 \text{ мг-экв/л,}$$

где V_1 – объем пробы воды, мл; V_2 – расход раствора трилона Б, мл; N – нормальность раствора трилона Б.

Определение общей жесткости воды позволяет сравнить полученные показатели с таковыми по СанПиН 2.1.4.1074–01. Качество питьевой воды должно соответствовать гигиеническим нормативам перед ее поступлением в распределительную сеть, а также в точках водоразбора наружной и внутренней водопроводной сети. Если отмечается несоответствие, то воду в обязательном порядке необходимо отправить на водоподготовку.

3.8. Определение содержания кальция и магния в воде [8]

Сущность метода. Метод основан на том, что трилон Б образует при рН 10 прочные комплексные соединения с ионами кальция и магния. Индикаторы при добавлении в воду при анализе также при определенной реакции среды образуют с ионами магния и кальция окрашенные комплексные соединения. Трилон Б при титровании, соединяясь с ионами кальция, а затем с ионами магния, вытесняет индикаторы в свободной форме, причем каждый индикатор высвобождается при определенной реакции среды.

Мешающее влияние некоторых тяжелых металлов устраняют добавлением в ходе анализа гидроксилamina солянокислого и натрия N,N-диэтилдитиокарбамата.

Реактивы и оборудование

1. Аммонийный буферный раствор: 20 г хлорида аммония, 100 мл 25 % раствора аммиака смешивают и доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

2. Трилон Б, раствор с концентрацией 0,05 моль-экв/дм³ (9,31 г на 1 дм³).
3. Гидроксид натрия, 10 % раствор.
4. Соляная кислота, 1 Н раствор.
5. Индикатор мурексид, смесь с хлоридом натрия, 1: 99.
6. Индикатор эриохром черный, смесь с хлоридом натрия, 1: 99.
7. Натрия N,N-диэтилдитиокарбамат.
8. Гидроксиламин солянокислый, 1 % раствор.
9. Мерная колба или пипетка на 50 см³.
10. Конические колбы для титрования.
11. Бюретка.

Ход определения

В коническую колбу помещают 100 см³ исследуемой воды, прибавляют 1–2 см³ 10 % раствора гидроксида натрия. Для устранения влияния Mn, Cu, Zn вносят после подщелачивания 5 капель раствора солянокислого гидроксиламина и несколько кристалликов диэтилдитиокарбамата натрия. Затем добавляют приблизительно 100 мг сухого мурексида и сразу титруют раствором трилона Б до появления интенсивного устойчивого фиолетового окрашивания. Отмечают объем титранта, пошедшего на титрование ионов кальция.

После этого оттитрованный раствор подкисляют 1 Н раствором соляной кислоты до рН 6 (по универсальной индикаторной бумаге) и оставляют стоять несколько минут, при этом окраска мурексида разрушается (для ускорения процесса можно нагреть раствор, предварительно добавив 1 каплю бромной воды). Затем добавляют 5 см³ хлоридно-аммиачного буфера, приблизительно 100 мг сухого эриохрома черного и титруют трилоном Б до получения синего или синего с зеленоватым оттенком окрашивания. Отмечают общий объем израсходованного титранта.

Расчет

Концентрацию кальция (X_{Ca}) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X_{Ca} = \frac{V_{Ca} \cdot N_T \cdot Э_{Ca} \cdot 1000}{V_{пробы}},$$

где V_{Ca} – объем раствора трилона Б для оттитровывания кальция, см³; N_T – концентрация раствора трилона Б, моль-экв/дм³;

$V_{\text{пробы}}$ – объем пробы воды, см³; \mathcal{E}_{Ca} – эквивалент кальция, г/моль-экв.; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

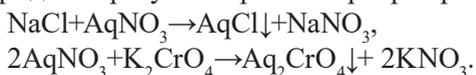
Концентрацию магния (X_{Mg}) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X_{\text{Mg}} = \frac{(V_T - V_{\text{Ca}}) \cdot N_T \cdot \mathcal{E}_{\text{Mg}} \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где V_T – общий объем раствора трилона Б для оттитровывания кальция и магния, см³; V_{Ca} – объем раствора трилона Б для оттитровывания кальция, см³; N_T – концентрация раствора трилона Б, моль-экв/дм³; $V_{\text{пробы}}$ – объем пробы воды, см³; \mathcal{E}_{Mg} – эквивалент магния, г/моль-экв.; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

3.9. Аргентометрическое определение хлоридов по методу Мора [9]

Сущность метода. Метод Мора основан на осаждении хлоридов азотнокислым серебром в присутствии хромата калия K_2CrO_4 . Нитрат серебра при наличии в растворе хлоридов первоначально реагирует с ними, а лишь затем после связывания всех хлоридов образуется хромат серебра оранжево-красного цвета:



Реактивы и оборудование

1. Нитрат серебра, раствор 0,01 моль-экв/дм³.
2. Хлорид натрия, раствор 0,01 моль-экв/дм³.
3. Хромат калия, 5 % раствор.
4. Бюретки.
5. Конические колбы для титрования.

Ход определения

При содержании хлоридов менее 250 мг/дм³ берут 100 см³ фильтрованной испытуемой воды. При большем содержании хлоридов берут 10–50 см³ исследуемой воды и разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой. В две конические колбы

для титрования вносят по 100 см³ анализируемой воды, прибавляют по 5 капель раствора K₂CrO₄. Раствор в одной колбе титруют 0,01 Н AgNO₃ до изменения окраски раствора по сравнению с окраской во второй колбе (цветной свидетель).

Стандартизация титранта

Для стандартизации титранта в коническую колбу вносят 10 см³ 0,01 Н раствора NaCl и 90 см³ дистиллированной воды, прибавляют 5 капель K₂CrO₄. Содержимое колбы титруют 0,01 Н раствором AgNO₃ до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-красную, не исчезающую в течение 15–20 сек.

Поправочный коэффициент к титру AgNO₃ рассчитывают по результатам трех титрований:

$$K = \frac{30}{V_1 + V_2 + V_3},$$

где V₁, V₂, V₃ – объемы AgNO₃, пошедшие на каждое из трех титрований, см³.

Расчет

Содержание хлорид-иона X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

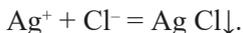
$$X = \frac{V_{\text{титр.}} \cdot H \cdot K \cdot \mathcal{E}_{\text{Cl}} \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где V_{титр.} – количество раствора AgNO₃, пошедшее на титрование, см³; H – концентрация титранта – нитрата серебра, моль-экв/дм³; K – поправочный коэффициент к концентрации титранта; \mathcal{E}_{Cl} – эквивалент хлорид-иона, г/моль-экв; V_{пробы} – объем воды, взятой для анализа, см³; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

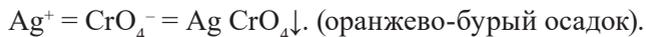
3.10. Определение хлоридов по титриметрическому методу [1]

Определение основано на титровании хлорид-ионов раствором нитрата серебра при pH 5,0–8,0, в результате чего образуется суспензия практически нерастворимого хлорида серебра.

Уравнение реакции записывается следующим образом:



В качестве индикатора используется хромат калия, который реагирует с избытком нитрата серебра с образованием хорошо заметного оранжево-багрового осадка хромата серебра по уравнению:



Оборудование и реактивы

1. Пипетка для титрования, градуированная на 2 или 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой.
2. Пипетка-капельница полимерная на 1 мл %, склянка мерная с меткой 10 мл с пробкой – 2 шт.
3. Колба коническая на 100 мл, цилиндр на 50 мл.
4. Раствор азотнокислого серебра (0,05 моль/л экв.), раствор хромата калия (10 %).

Отбор проб

Для отбора проб при определении хлоридов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб – 1 месяц. Объем пробы анализируемой воды, используемой для анализа, выбирается по таблице 3.1 в зависимости от предполагаемого уровня концентрации хлорид-иона.

Таблица 3.1 – Определение объема пробы

Предполагаемая концентрация хлоридов	Объем пробы
10–50	50
50–350	10
350–700	5
700–1200	1

Выполнение анализа

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку объем пробы воды в соответствии с таблицей 3.1. В случае предполагаемой концентрации хлорид-

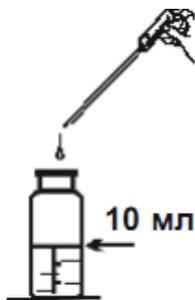


Рисунок 3.6 – Объем пробы доведенной до отметки 10 мл



Рисунок 3.7 – Налить в коническую колбу пробу объемом 100 мл

иона свыше 350 мг/л, пробу в объеме, согласно таблице, градуированной пипеткой поместите в мерную склянку, туда же добавьте дистиллированную воду до метки 10 мл (рисунок 3.6).

При концентрации хлорид-иона менее 50 мг/л, пробу налейте мерным цилиндром в коническую колбу на 100 мл, в которой далее проводите определение (рисунок 3.7).

Добавьте пипеткой-капельницей 3 капли раствора хромата калия. Закройте склянку пробкой и перемешайте раствор (рисунок 3.8).

Проведите титрование пробы. Для этого к содержимому склянки добавляйте раствор азотнокислого серебра (титранта), используя градуированную пипетку со шприцем-дозатором. Раствор титранта добавляйте постепенно, по каплям, при перемешивании до появления не исчезающей оранжево-желтой окраски раствора. Определите объем раствора азотнокислого серебра (рисунок 3.9).

Определите объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование ($V = V_0 - V_K$, мл) (рисунок 3.10).

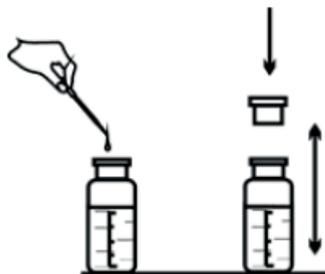


Рисунок 3.8 – Добавление 3-х капель раствора хромата калия



Рисунок 3.9 – Добавление капель титранта до появления оранжево-желтой окраски



Рисунок 3.10 – Определение объема титранта

Рассчитайте концентрацию хлорид иона ($C_{\text{Хл}}$, мг/л) в анализируемой воде по формуле:

$$C_{\text{Хл}} = \frac{V \cdot H \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_{\text{П}}} = \frac{V}{V_{\text{П}}} \cdot 1775,$$

где V – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл; H – концентрация раствора азотнокислого серебра, 0,05 моль/л; $V_{\text{П}}$ (из таблицы 3.1) – объем воды, взятой на анализ; 35,5 – молярная масса эквивалента хлора, г/моль; 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы.

3.11. Определение хлоридов с помощью ионоселективного электрода [9]

Сущность метода. Потенциометрический метод определения хлоридов основан на определении ЭДС электродной системы, состоящей из хлоридного ионоселективного электрода и вспомогательного хлоридсеребряного электрода. Он позволяет определить суммарную концентрацию хлоридов (всех его форм: иона хлора, его комплексных соединений). Метод используется для растворов с концентрацией хлоридов 0,1–10,0 мг/дм³.

Мешающие вещества

Мешают большие количества сульфидов, хлоридов, бромидов, роданидов, образующих на поверхности электрода нерастворимые соли, а также сильные восстановители и вещества, образующие комплексные соединения с серебром (например, ЭДТА).

Реактивы и оборудование

1. Иономер с ионоселективным хлоридным и хлоридсеребряными электродами.
2. Хлорид натрия, 0,1 М раствор.
3. Ацетатный буферный раствор.
4. Стаканы на 50 см³.
5. Мерные колбы на 100 см³.
6. Пипетки на 5 и 10 см³.
7. Ход определения.

Построение градуировочного графика

Из основного стандартного раствора хлорида натрия с концентрацией 0,1 М методом последовательного десятикратного разбавления готовят растворы: 10⁻²М, 10⁻³М, 10⁻⁴М, 10⁻⁵М, для чего 10 см³ раствора с более высокой концентрацией наливают в колбу на 100 см³ и доводят водой до метки. Полученные растворы имеют значения рCl = 1, 2, 3, 4, 5. В стакан вместимостью 50 см³ вливают 20,0 см³ рабочего стандартного раствора с рCl = 5, приливают 5 см³ ацетатного буферного раствора, перемешивают на магнитной мешалке. Измеряют ЭДС при перемешивании раствора магнитной мешалкой. Аналогично измеряют ЭДС для других стандартных растворов. При выполнении измерений необходимо следить за тем, чтобы на поверхности мембраны хлоридного электрода не налипали пузырьки воздуха.

По результатам измерений строят градуировочный график зависимости: значение ЭДС, милливольты – значение рCl.

Определение хлоридов в анализируемой воде

В стакан вместимостью 50 см³ помещают 20 см³ анализируемой воды (температура воды не должна отличаться от температуры стандартных растворов, по которым калибруют электрод,

более чем на ± 2 °С, в противном случае воду следует подогреть или охладить). Затем в раствор помещают магнит от магнитной мешалки, приливают 5 см³ буферного раствора и погружают в раствор тщательно промытые дистиллированной и анализируемой водой ионоселективный хлоридный и вспомогательный электроды. Измеряют ЭДС. По градуировочному графику находят значение рСl анализируемой воды.

Расчет

Концентрация хлоридов в воде (X) в мг/дм³ рассчитывается по формуле:

$$X=10^{-pCl} \cdot 35,5 \cdot 1000,$$

где рСl – показатель концентрации хлорид-иона, найденный по графику; 35,5 – молярная масса иона хлора, г/моль; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

3.12. Определение активного хлора в питьевой воде [7]

Сущность метода. Активный хлор как более сильный окислитель вытесняет йод из раствора иодида калия. Выделенный йод титруют раствором тиосульфата натрия. В кислой среде реакции протекают количественно.

Мешающие влияния

Определению хлора в питьевых и поверхностных водах с небольшим содержанием органических веществ не препятствуют нитриты, марганец и железо, если их титруют с добавлением раствора разбавленной уксусной кислоты. В присутствии большого количества органических веществ метод не дает правильных результатов.

Реактивы и оборудование

1. Уксусная кислота ч.д.а., ледяная.
2. Иодид калия, ч.д.а.
3. Тиосульфат натрия, раствор с концентрацией 0,01 моль-экв/дм³.
4. Крахмал, 0,5 %-ный раствор.
5. Бюретки, мерные пробирки.
6. Конические колбы.

Ход определения

При предполагаемом содержании «активного хлора» менее 1 мг/дм³, берут 1 дм³ пробы, при содержании его от 1 до 10 мг/дм³ – 500 см³ и т. д. (расход тиосульфата натрия на титрование не должен превышать 20 см³).

Прибавляют к пробе 5 см³ уксусной кислоты и около 1 г твердого иодида калия. Титрование проводят на белом фоне 0,01 н раствором тиосульфата натрия до получения светло-желтой окраски. Затем добавляют 1 см³ раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания. Нельзя титровать при прямом солнечном свете, так как прямые солнечные лучи катализируют окисление тиосульфата кислородом воздуха.

Таким же способом находят расход реактива на холостое определение с дистиллированной водой.

Расчет

Содержание активного хлора (X) в мг/дм³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot N \cdot K \cdot \text{Э}_{\text{Cl}} \cdot 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где V_1 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование см³; V_2 – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование в холостом определении, см³; N – концентрация раствора тиосульфата в моль-экв/дм³; K – поправочный коэффициент к концентрации титранта; $V_{\text{пробы}}$ – объем анализируемой пробы, см³; Э_{Cl} – эквивалент хлора, г/моль-экв; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

3.13. Определение остаточного активного хлора [9]

Цель работы: определить содержание активного хлора в дезинфицированной питьевой воде (или сточных водах, загрязненных хлором или соединениями, содержащих хлор).

Сущность метода: йодометрический способ основан на выделении йода хлором из раствора йодида. Выделившийся йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

Реактивы и посуда

1. Тиосульфат натрия 0,005 Н раствор.
2. Крахмал 0,5 %-ный раствор.
3. Ацетатный буфер рН 4,5 (1Н раствор ацетата натрия и 1Н раствор уксусной кислоты. Растворы смешивают перед употреблением в равных объемах).
4. Йодид калия, твердый.
5. Коническая колба с пробкой.
6. Бюретка на 25 мл.
7. Пипетка 1–10 мл (груша).
8. Мерные цилиндры.

Ход определения

В коническую колбу насыпают 0,5 г КJ, растворяют в 1–2 мл дистиллированной воды, добавляют буферный раствор в количестве, приблизительно равном полуторной величине щелочности анализируемой пробы воды, потом добавляют 250–500 мл анализируемой пробы. Колбу закрывают пробкой и помещают в темное место. Через 10 минут выделившийся йод оттитровывают 0,005 Н раствором тиосульфата натрия до появления светложелтой окраски, после чего прибавляют 1 мл 0,5 % раствора крахмала и раствор титруют до исчезновения синей окраски.

При определенной щелочности воду предварительно деклорируют с помощью тиосульфата натрия в отдельной пробе.

Расчет

$$X = \frac{a \cdot K \cdot 0,177 \cdot 1000}{V},$$

где X – суммарный остаточный хлор, мг/л; a – количество 0,005 Н раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл; K – поправочный коэффициент; V – объем анализируемой пробы; 0,177 – содержание активного хлора, соответствующее 1 мл 0,0005 Н раствора тиосульфата натрия, мг.

Из-за своей высокой активности хлор вступает в химические реакции со многими органическими и неорганическими веществами, находящимися в воде. При этом образуются очень

токсичные вещества, относящиеся к первому классу опасности, имеющие низкие значения ПДК. В природной воде «активного хлора» нет, в питьевой воде и в воде бассейнов его предельно-допустимая концентрация (ПДК) установлена в пересчете на хлор, на уровне 0,3–0,5 мг/л в свободном виде и на уровне 0,8–1,2 мг/л в связанном виде. Анализ полученных данных показывает, что количество активного хлора в воде превышает или не превышает ПДК.

3.14. Карбонат и гидрокарбонат [1]

Метод определения карбонат и гидрокарбонат-ионов – титриметрический.

Данный метод неприменим для анализа вод, содержащих растворенный диоксид углерода (бутилированных вод), мутных вод, а также содержащих сильное основание.

Поскольку содержание карбонат и гидрокарбонат-ионов неразрывно связано с показателем щелочности воды, аналитическое определение данных показателей аналогично и осуществляется в едином технологическом цикле.

Определение основано на реакции карбонат и гидрокарбонат-ионов с водородными ионами в присутствии, в качестве индикаторов, фенолфталеина и смеси бромкрезолового зеленого и метилового красного. В первой точке эквивалентности (рН 8,3) в присутствии фенолфталеина проходит полное титрование гидроксид-ионов (если они присутствуют) и половинное (т.е. гидрокарбонатов) содержания карбонат-ионов. Во второй точке (рН 4,5) заканчивается титрование карбонат-ионов, уже превратившихся в гидрокарбонаты, и происходит титрование всего количества гидрокарбонат-ионов. Соответствующее количество кислоты, израсходованное на титрование по фенолфталеину (V_{ϕ}), эквивалентно свободной щелочности ($Щ_{св}$); количество кислоты, израсходованное на титрование по смешанному индикатору ($V_{см}$) – общей щелочности ($Щ_{о}$). По результатам титрования определяются величины свободной и общей щелочности воды, которые позволяют рассчитать концентрации карбонат и гидрокарбонат-

ионов. Для титрования используется раствор соляной кислоты с точно известным значением концентрации – 0,05 моль/л, титрованный либо приготовленный из стандарт-титра.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка для титрования, градуированная на 2 мл или 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой.
2. Пипетка-капельница полимерная на 1 мл – 2 шт.
3. Слянка мерная с меткой 10 мл с пробкой – 2 шт.
4. Колба коническая на 100 мл, цилиндр на 50 мл.
5. Раствор индикатора фенолфталеина, раствор смешанного индикатора.
6. Раствор соляной кислоты титрованный (0,05 моль/л).

Отбор проб

Для отбора проб при определении карбонатов и щелочности используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб – не более 1 суток при условии их охлаждения до 2–5 °С.

Выполнение анализа

А. Титрование карбонат-иона (определение свободной щелочности)

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку объем пробы воды до отметки 10 мл (рисунок 3.11).

Добавьте пипеткой 3–4 капли раствора фенолфталеина, раствор перемешайте круговыми покачиваниями (рисунок 3.12).

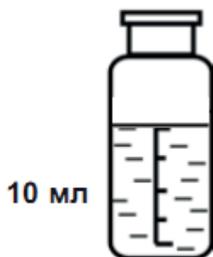


Рисунок 3.11 – Объем пробы 10 мл

Примечание: при отсутствии окрашивания раствора либо при слабо-розовом окрашивании считайте, что карбонат-ион в пробе отсутствует (рН пробы меньше 8,3).

Постепенно титруйте пробу на белом фоне с помощью градуированной пипетки со шприцем дозатором раствором соляной кислоты до обесцвечива-



Рисунок 3.12 – Добавление 3–4
капель фенолфталеина



Рисунок 3.13 – Титрование пробы
до обесцвечивания

ния, и определите объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину ($V_{\text{ф}}$, мл) (рисунок 3.13).

Раствор перемешайте круговыми покачиваниями.

Раствор после титрования карбонат-иона оставьте для дальнейшего определения в нем массовой концентрации гидрокарбонат-иона.

Б. Титрование гидрокарбонат-иона (определение общей щелочности)

Налейте в склянку до отметки 10 мл воды либо используйте раствор после определения карбонат-иона (рисунок 3.14).

Добавьте 1 каплю раствора смешанного индикатора (рисунок 3.15). Раствор перемешайте круговыми покачиваниями.

Постепенно титруйте пробу на белом фоне с помощью градуированной

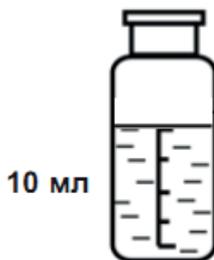


Рисунок 3.14 – Объем
пробы 10 мл



Рисунок 3.15 – Добавление смешанного индикатора



Рисунок 3.16 – Титрование раствора от перехода от сине-зеленой окраски в серую

пипетки со шприцем-дозатором раствором соляной кислоты при перемешивании, до перехода сине-зеленой окраски в серую (рисунок 3.16).

В процессе добавления раствора титранта перемешивайте колбу круговыми покачиваниями.

Определите объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование по смешанному индикатору (V_{CM} , мл). При использовании раствора после титрования карбонат иона со значением V_{CM} необходимо посчитать суммарный объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование карбоната и гидрокарбоната (т. е. с учетом V_{ϕ} , мл).

В. Расчет щелочности

Значение свободной щелочности ($Щ_{CB}$) и общей щелочности ($Щ_{O}$) в моль/л эквивалента рассчитайте по формулам:

$$Щ_{CB} = \frac{V_{\phi} \cdot H \cdot 1000}{V_A} = V_{\phi} \cdot 5,$$

$$Щ_{O} = \frac{V_{CM} \cdot H \cdot 1000}{V_A} = V_{CM} \cdot 5,$$

где $V_{\text{ф}}$ и $V_{\text{см}}$ – объем раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование по фенолфталеину и смешанному индикатору соответственно, мл; N – точная молярная концентрация раствора соляной кислоты 0,05 моль/л; V – объем пробы воды, взятой для анализа, 10 мл; 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из соль в ммоль.

Примечание. При определении щелочности путем последовательного титрования одной пробы значение $V_{\text{см}}$ включает значение $V_{\text{ф}}$

Г. Расчет массовой концентрации карбонат и гидрокарбонат-ионов

Для определения массовой концентрации карбонат и гидрокарбонат-ионов используйте значение свободной щелочности ($\text{Щ}_{\text{СВ}}$), ммоль/л и общей щелочности ($\text{Щ}_{\text{О}}$) ммоль/л, рассчитанный с применением соотношения между свободной и общей щелочностью, приведенных в таблице 3.2.

Таблица 3.2 – Соотношения между свободной и общей щелочностью

Соотношение между свободной и общей щелочностью	Молярная концентрация гидрокарбонатов Сгк, ммоль/л	Молярная концентрация карбонатов Ск, ммоль/л
$\text{Щ}_{\text{СВ}} = 0$	$\text{Щ}_{\text{О}}$	0
$2\text{Щ}_{\text{СВ}} < \text{Щ}_{\text{О}}$	$\text{Щ}_{\text{О}} - 2\text{Щ}_{\text{СВ}}$	$\text{Щ}_{\text{СВ}}$
$2\text{Щ}_{\text{СВ}} = \text{Щ}_{\text{О}}$	0	$\text{Щ}_{\text{СВ}}$
$2\text{Щ}_{\text{СВ}} > \text{Щ}_{\text{О}}$	0	$\text{Щ}_{\text{О}} - \text{Щ}_{\text{СВ}}$
$\text{Щ}_{\text{СВ}} = \text{Щ}_{\text{О}}$	0	0

Массовую концентрацию гидрокарбонатов ($C_{\text{ГК масс}}$) мг/л и карбонатов ($C_{\text{К масс}}$) в анализируемой пробе воды рассчитайте по формуле:

$$C_{\text{ГК масс}} = C_{\text{К}} \times 61,$$

$$C_{\text{К масс}} = C_{\text{К}} \times 60,$$

где $C_{ГК}$ и $C_{К}$ – молярная концентрация гидрокарбоната и карбонатов; 61 и 60 – молярная масса эквивалента гидрокарбонат- и карбонат-иона соответственно в реакциях титрования, г/моль.

Пример расчета

В первой пробе анализируемой воды объемом 10 мл определили количество раствора кислоты, израсходованной на титрование по фенолфталеину $V_{ф} = 0,3$ мл. Во второй пробе той же воды определили количество кислоты, израсходованное на титрование по смешанному индикатору $V_{см} = 2,5$ мл. Рассчитаем значения свободной и общей щелочности анализируемой воды:

$$\text{Щ}_{СВ} = 0,3 \times 5 = 1,5 \text{ ммоль/л}, \text{Щ}_{О} = 2,5 \times 5 = 12,5 \text{ ммоль/л}.$$

Далее по таблице 3.2 определяем для случая $2\text{Щ}_{СВ} < \text{Щ}_{О}$:

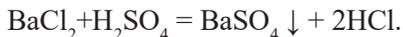
$$C_{ГК} = \text{Щ}_{О} - 2\text{Щ}_{СВ} = 9,5 \text{ ммоль/л}, C_{ГК\text{ масс}} = 9,5 \times 61 = 579,5 \approx 580 \text{ мг/л}.$$

$$C_{К} = \text{Щ}_{СВ} = 1,5 \text{ ммоль/л}, C_{К\text{ масс}} = 1,5 \times 60 = 90 \text{ мг/л}.$$

3.15. Сульфаты [1]

3.15.1. Турбидиметрическое определение сульфатов

Сущность метода. Используется реакция осаждения сульфат-иона хлоридом бария с образованием грубодисперсной формы сульфата бария; образующуюся суспензию стабилизируют путем добавления желатина:



Реактивы и оборудование

1. Фотоколориметр.
2. Хлорид бария, насыщенный раствор.
3. Серная кислота, раствор с концентрацией сульфат-аниона 0,2 мг/см³.
4. Желатин, 0,5 % раствор.
5. Мерные колбы на 100 см³.
6. Мерная колба или пипетка Мора на 50 см³.
7. Бюретка на 25 см³.
8. Пипетки на 2 и 5 см³.

Всю посуду перед работой необходимо промыть дистиллированной водой!

Ход определения

Построение градуировочного графика

Проверяют дистиллированную воду на наличие сульфатов пробой с BaCl_2 . Мерные колбы на 100 см^3 ополаскивают дистиллированной водой, наливают по 2 см^3 насыщенного раствора BaCl_2 , разбавляют водой и прибавляют по 3 см^3 0,5 % раствора желатина, перемешивают, добавляют $2-5-10-5-20 \text{ см}^3$ рабочего раствора серной кислоты с концентрацией сульфат-аниона $0,2 \text{ мг/см}^3$, перемешивают, доводят дистиллированной водой до метки, перемешивают. Концентрация сульфат-иона в растворах будет $4; 10; 20; 30; 40 \text{ мг/дм}^3$, соответственно. Растворы фотометрируют через 5 минут при $\lambda = 364$ (фиолетовый светофильтр) по отношению к раствору – фону, толщина кюветы 2 см . Строят градуировочный график в координатах: оптическая плотность раствора – концентрация сульфат-иона SO_4^{-2} , мг/дм^3 .

Определение сульфатов в анализируемой воде

В мерную колбу на 100 см^3 наливают 50 см^3 анализируемой воды, 3 см^3 раствора желатина, перемешивают. Добавляют 2 см^3 раствора BaCl_2 , доводят объем до метки дистиллированной водой, не содержащей сульфаты, перемешивают. Фотометрируют через 5 минут при $\lambda = 364$ (фиолетовый светофильтр) по отношению к раствору – фону, толщина кюветы 2 см . При необходимости пробу воды уменьшают.

Расчет

Содержание сульфатов в воде X (мг/дм^3) вычисляют по формуле:

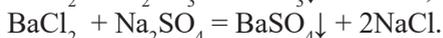
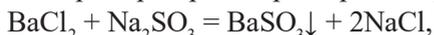
$$X = \frac{C \times V_1}{V_{\text{пробы}}},$$

где C – концентрация анализируемого раствора, найденная по графику, мг/дм^3 ; $V_{\text{пробы}}$ – объем воды, взятый для анализа, см^3 ; V_1 – объем раствора, приготовленного для фотометрирования, см^3 .

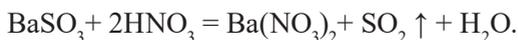
3.15.2. Определение сульфатов визуальнотурбометрическим методом

Визуально измеряют высоту столба суспензии по его прозрачности. Для работы необходим мутномер (рисунок 3.17).

Сера образует ряд кислот. Соли серной кислоты H_2SO_4 называют сульфатами, сернистой H_2SO_3 – сульфитами. Качественная реакция на сульфат и сульфит-ионы – реакция с растворимой солью бария. Возьмем растворы сульфата и сульфита натрия и добавим в пробирки раствор хлорида бария:



В двух пробирках появляются белые кристаллические осадки сульфата бария и сульфита бария. Как различить эти осадки? При добавлении раствора азотной кислоты осадок сульфита бария растворяется, а осадок сульфата бария остается без изменения:



Оборудование и реактивы

1. Пипетка капельница полимерная на 1 мл и 3 мл.
2. Пробирка мутномерная (2 шт.) со шкалой 100 мм, рисунком-точкой на дне, резиновым кольцом-фиксатором и пробкой.
3. Раствор нитрата бария (насыщенный).
4. Раствор соляной кислоты 20 %.



Рисунок 3.17 – Мутномер

Подготовка к анализу

Экран мутномера устанавливают под углом 45° к подставке. Работа проводится при рассеянном, но достаточно сильном дневном освещении экрана мутномера. В каждое отверстие мутномера вставляют мутномерную пробирку с надетым на нее резиновым кольцом в положе-

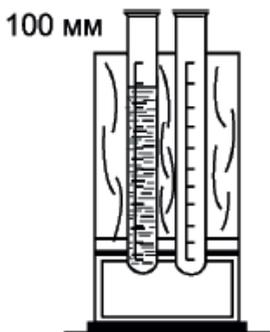


Рисунок 3.18 – Объем пробы в пробирке 100 мл

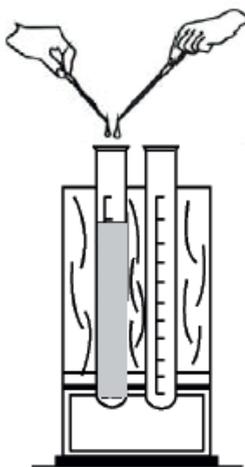


Рисунок 3.19 – Добавление 15 капель раствора нитрата бария

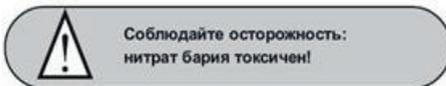
нии, фиксирующим пробирку таким образом, чтобы нижняя ее часть была выдвинута в вырез мутномера на расстояние около 1 см.

Ополосните мутномерные пробирки несколько раз анализируемой водой. В одну из пробирок налейте пробу воды или вытяжки до высоты 100 мм (10–15 мл) (рисунок 3.18).

Добавьте к пробе в пробирке пипетками 2 капли раствора соляной кислоты в 1–15 капель раствора нитрата бария (рисунок 3.19). Добавив 1–15 капель, проводят встряхивание содержимого пробирки (рисунок 3.20).

Закрытую пробирку снова встряхните, чтобы перемешать содержимое (рисунок 3.20). По завершению 7 минут снова раствор в пробирке перемешивают (рисунок 3.21).

Переносите пипеткой-капельницей на 3 мл образовавшуюся суспензию во вторую (пустую) пробирку до тех пор, пока в первой пробирке не появятся четкие границы рисунка на дне.



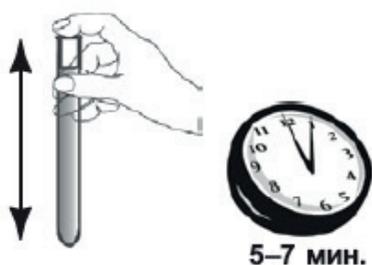


Рисунок 3.20 – Встряхиваемое содержимое пробирки оставляем на 5–7 мин

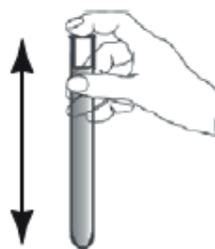


Рисунок 3.21 – Перемешивание раствора в пробирке

Измерьте по шкале высоту столба суспензии в первой пробирке (h , мм) (рисунок 3.22).

Примечание. Установите вращающийся экран мутномера так, чтобы обеспечить максимальную освещенность дна пробирки с рисунком.

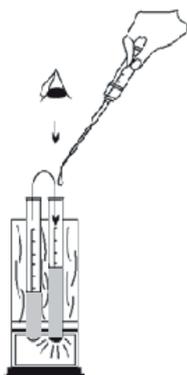


Рисунок 3.22 – Перенос суспензии пипеткой во вторую пустую пробирку, пока в первой пробирке не появятся четких границ рисунка на дне

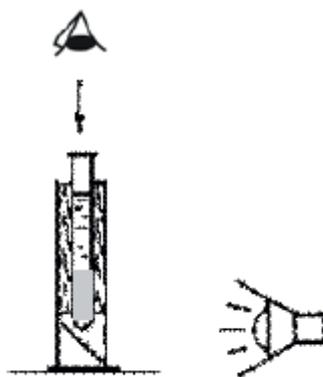


Рисунок 3.23 – Перенос суспензии до тех пор, пока не скроется изображение рисунка

Если изображение на дне мутномера пробирки возникает при высоте столба суспензии менее 40 мм, пробу разбавьте дистиллированной водой в зависимости от предполагаемой концентрации сульфат-ионов и определение повторите.

Продолжайте переносить суспензию во вторую пробирку до тех пор, пока не скроется изображение рисунка (рисунок 3.23). Измерьте по шкале высоту столба суспензии во второй пробирке (h , мм).

Расчитайте среднее арифметическое измерения высоты столба суспензии (h , мм) по формуле:

$$h = \frac{h_1 + h_2}{2}.$$

По таблице 3.3 определите концентрацию сульфат-иона в пробе ($C_{\text{пр}}$) в мг/л.

Таблица 3.3 – Определение концентрации сульфат-иона

Высота столба суспензии, h , мм	Массовая концентрация сульфат-иона в пробирке, Спр, мг/л	Высота столба суспензии, h , мм	Массовая концентрация сульфат-иона в пробе, Спр, мг/л
100	33	65	50
95	35	60	53
80	38	55	56
85	40	50	59
80	42	45	64
75	45	40	72
70	47	-	-

Расчитайте концентрацию сульфат-ионов в анализируемой воде (C_c) с учетом степени по формуле:

$$C_c = C_{\text{пр}} \times K,$$

где $C_{\text{пр}}$ – концентрация сульфат-иона в пробе, определенная по таблице 3.3; K – коэффициент разбавления анализируемой воды.

Пример расчета

На титрование 2,5 мл анализируемой воды израсходовано 0,5 мл раствора хлорида бария. Рассчитываем концентрацию сульфат-иона в воде:

$$C_c = 384 \times 0,5 = 192 \text{ мг/л.}$$

Концентрация сульфат-ионов в анализируемой воде составляет 192 мг/л.

3.16. Фториды [1]

Метод определения – колориметрический.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка, градуированная на 5 мл со шприцом-дозатором и соединительной трубкой.
2. Пипетка-капельница полимерная на 3 мл (3 шт.) и на 1 мл (2 шт.).
3. Слянка для колориметрирования мерная с метками 2,5 мл, 5,0 мл, 10,0 мл (2 шт.).
4. Слянка для хранения раствора ализаринкомплексона, стакан с метками 25 и 50 мл для приготовления раствора ализаринкомплексона.
5. Стеклянная палочка.
6. Флакон для приготовления водно-ацетонового раствора реагентов, цилиндр мерный на 25 мл.
7. Ализаринкомплексон (навеска 0,0097 г) в слянке, ацетон, вода дистиллированная, натрий уксуснокислый в капсулах (навеска по 0,012 г), раствор буферный ацетатный, раствор гидроксида натрия (1 моль/л), раствор нитрата лантана, раствор соляной кислоты (0,1 моль/л).

Примечание. Вода дистиллированная в состав изделия не входит, контрольная цветовая шкала образцов окраски для визуального колориметрирования фторид-анионы (0; 0,2; 0,7; 2,0 мг/л).

Подготовка к анализу

Подготовка к анализу состоит в приготовлении раствора ализаринкомплексона и водно-ацетонового раствора, которые

имеют наибольший срок годности, и больше всего расходуется при проведении анализов.

Приготовление раствора ализаринкомплексона

В склянку с навеской ализаринкомплексона капельницей добавьте 1–2 капли раствора гидроксида натрия. Смесь тщательно

разотрите стеклянной палочкой до полного растворения реактива (рисунок 3.24).

Добавьте в склянку пипеткой 6 мл (дважды по 3 мл) дистиллированной воды и перемешайте содержимое (рисунок 3.25).

Полученный раствор количественно перенесите в стакан с метками. Для этого несколько раз ополосните флакон небольшими порциями дистиллированной воды, сливая воду после ополаскивания в стакан. Общий объем раствора в стакане не должен превышать 25 мл (рисунок 3.26).

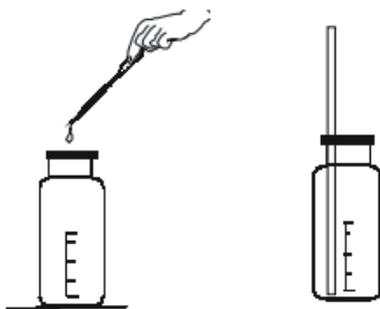


Рисунок 3.24 – В емкость с навеской ализаринкомплексона капельницей добавить 1–2 капли гидроксида натрия

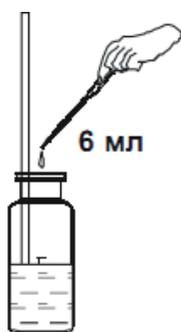


Рисунок 3.25 – Добавление в емкость 6 мл дистиллированной воды пипеткой

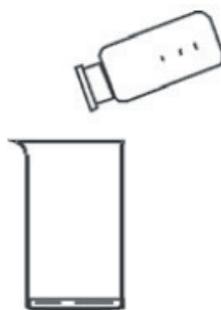


Рисунок 3.26 – Переливание полученного раствора в мерный стакан

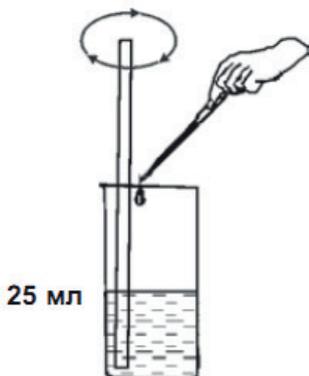


Рисунок 3.27 – Доведение раствора в мерном стакане дистиллированной водой до отметки 25 мл

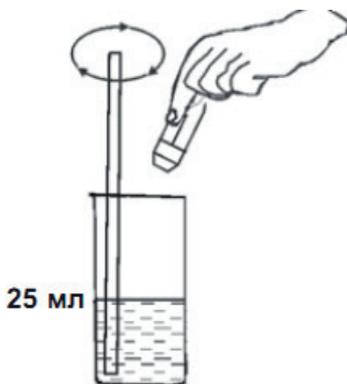


Рисунок 3.28 – Перенесение навески из капсулы натрия уксуснокислого в стакан с раствором

Доведите дистиллированной водой объем раствора в стакане пипеткой на 3 мл до метки 25 мл, после чего перемешайте (рисунок 3.27).

Навеску натрия уксуснокислого из капсулы (0,012 г) перенести полностью в стакан с раствором, ополоснув капсулу несколько раз 1–2 мл дистиллированной водой. Перемешайте раствор стеклянной палочкой (рисунок 3.28).

В полученный раствор при перемешивании добавьте по каплям раствор соляной кислоты (0,1 моль/л) до перехода окраски раствора от вишнево-красной до красно-оранжевой. Окраску наблюдайте на белом фоне (рисунок 3.29).

Доведите объем раствора в стакане дистиллированной водой до метки 50 мл. Раствор перемешайте (рисунок 3.30).

Готовый раствор перелейте в склянку для хранения раствора ализаринкомплексона из комплекта, отметив дату его приготовления на этикетке (рисунок 3.31).

Приготовление водно-ацетонового раствора

Во флакон для приготовления водно-ацетонового раствора добавьте, используя мерный цилиндр и градуированную пипетку,

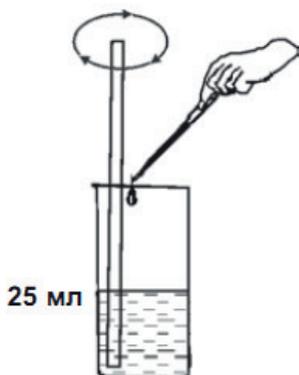


Рисунок 3.29 – Добавление раствора соляной кислоты по каплям в полученный раствор при перемешивании

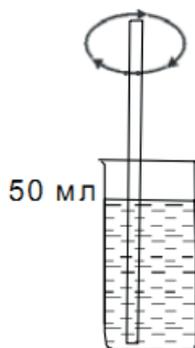


Рисунок 3.30 – Доведение объема раствора с помощью дистиллированной воды до 50 мл

2 мл ацетатного буферного раствора; 10 мл раствора азотнокислого лантана, 10 мл раствора ализаринкомплексона, 25 мл ацетона. Раствор перемешайте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности водно-ацетатного раствора – 1 неделя при хранении в холодильнике (2–5 °С) (рисунок 3.32).



Рисунок 3.31 – Готовый раствор перелить в стеклянную емкость с крышкой, наклеить этикетку с датой приготовления раствора

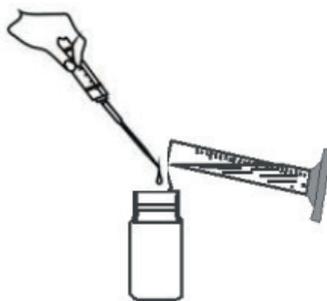


Рисунок 3.32 – Добавление с помощью мерного цилиндра и пипетки 10 мл раствора азотнокислого лантана, 10 мл раствора ализаринкомплексона, 25 мл ацетона в буферный раствор

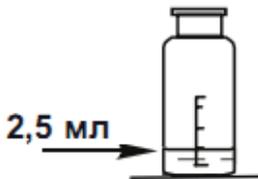


Рисунок 3.33 – Добавление 2,5 мл анализируемой воды в стеклянную емкость

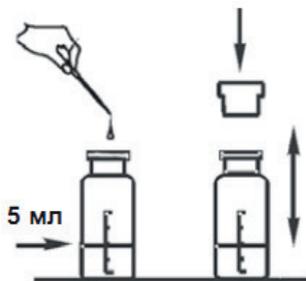


Рисунок 3.34 – Добавление водно-ацетонового раствора реагентов до объема 5 мл

Выполнение определения

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки 2,5 мл (рисунок 3.33).

Примечание. Для точного анализа объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

Прибавьте к содержимому склянки пипеткой до метки 5 мл водно-ацетоновый раствор реагентов. Склянку закройте пробкой и перемешивайте раствор (рисунок 3.34).

Оставьте склянку на 15 мин для полного протекания реакции (рисунок 3.35).



Рисунок 3.35 – Оставить склянку на 15 мин до полного протекания реакции

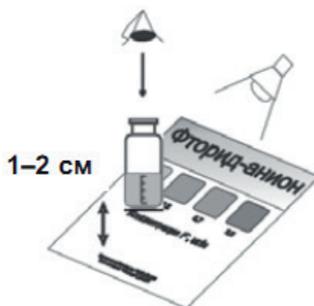


Рисунок 3.36 – Визуальное колориметрирование пробы

Проведите визуально колориметрирование пробы. Для этого колориметрическую склянку держите над белым полем контрольной шкалы на расстоянии 1–2 см от поверхности. Освещая склянку рассеянным белым светом светодостаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации фторид-ионов в мг/л (рисунок 3.26).

3.17. Определение фторидов с помощью ионоселективного электрода [10]

Сущность метода. Потенциометрический метод определения фторидов основан на определении ЭДС электродной системы, состоящей из фторселективного электрода и вспомогательного хлоридсеребряного электрода. Метод позволяет определить суммарную концентрацию фторидов (всех его форм: иона фтора, его комплексных соединений). Диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы 0,10–190 мг/дм³. Погрешность не превышает 25–30 % с $P = 0,95$ при массовой концентрации фторидов 0,1...0,15 мг/дм³; 15 % – при концентрации 0,2...0,5 г/дм³ и 7 % – при концентрации фторидов более 0,5 мг/дм³.

Мешающие вещества

Мешают большие количества сульфидов, хлоридов, бромидов, роданидов, образующих на поверхности электрода нерастворимые соли, а также сильные восстановители и вещества, образующие комплексные соединения с серебром (например, ЭДТА). Для устранения мешающего влияния солей алюминия и железа к пробе добавить цитратно-этанольный (если массовая концентрация алюминия и железа не более 40 мг/дм³) или ацетатно-цитратный буферный раствор.

Реактивы и оборудование

1. Иономер с ионоселективным фторидным и хлоридсеребряным электродами.
2. Фторид натрия, 0,1 М раствор. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде с плотно закрытой пробкой не более 6 мес.

3. Ацетатно-цитратный буферный раствор с $\text{pH} = 5 \pm 0,2$: в мерную колбу вместимостью 500 см^3 помещают $52,0 \text{ г}$ уксуснокислого натрия, $29,2 \text{ г}$ хлористого натрия, $3,0 \text{ г}$ лимоннокислого натрия, $0,3 \text{ г}$ трилона Б и 8 см^3 ледяной уксусной кислоты. Приливают $200\text{--}300 \text{ см}^3$ дистиллированной воды, растворяют соли и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. pH раствора проверяют потенциометрически и при необходимости доводят до требуемого значения 10% раствором гидроксида натрия или 10% раствором уксусной кислоты. Раствор хранят в холодильнике. Срок хранения 3 мес.
4. Полиэтиленовые стаканы.
5. Магнитная мешалка, магнит в пластиковой оболочке.
6. Стаканы на 50 см^3 .
7. Мерные колбы на 100 см^3 .
8. Пипетки на 10 см^3 .

Ход определения

Подготовка к работе и проверка работоспособности фторселективного электрода

Фторидный электрод выдерживают в растворе фтористого натрия концентрацией $0,001 \text{ М}$ в течение суток, а затем тщательно промывают дистиллированной водой. При ежедневной работе электрод хранят, погрузив в раствор фтористого натрия концентрацией $0,0001 \text{ М}$, при длительных перерывах в работе – хранят в сухом состоянии. Правильность работы фторидного электрода контролируют при построении графика. Потенциал рабочих градуировочных растворов должен изменяться на $56 \pm 3 \text{ мВ}$. Если такая зависимость значения потенциала от pF не соблюдается, то фторидный электрод следует регенерировать вымачиванием в $0,001 \text{ М}$ растворе фтористого натрия в течение суток, а затем тщательно отмыть дистиллированной водой.

Построение градуировочного графика

Из основного стандартного раствора фторида натрия с концентрацией $0,1 \text{ М}$ методом последовательного десятикратного

разбавления готовят растворы: $10^{-2}M$, $10^{-3}M$, $10^{-4}M$, $10^{-5}M$, для чего 10 см^3 раствора с более высокой концентрацией наливают в колбу на 100 см^3 и доводят водой до метки. Полученные растворы имеют значения: $pF = 1, 2, 3, 4, 5$. Все разбавленные растворы готовят в день проведения анализа и хранят в полиэтиленовой посуде. Измерения начинают с самого разбавленного раствора с $pF = 5$. В полиэтиленовый стакан вместимостью 50 см^3 вливают $20,0\text{ см}^3$ рабочего градуировочного раствора, помещают в раствор магнит от магнитной мешалки, приливают 10 см^3 ацетатно-цитратного буферного раствора. При перемешивании раствора магнитной мешалкой измеряют установившееся значение равновесного потенциала. После каждого измерения электроды тщательно несколько раз отмывают в дистиллированной воде. При выполнении измерений необходимо следить за тем, чтобы на поверхности мембраны фторидного электрода не налипали пузырьки воздуха.

Время установления равновесного потенциала в диапазоне $pF = 5$ и выше составляет 10 мин, при более высоких концентрациях фторида, т. е. при pF – менее 5–3 мин.

Строят градуировочный график в координатах ЭДС, мВ – значение pF .

Определение фторидов в анализируемой воде

В полиэтиленовый стакан вместимостью 50 см^3 помещают 20 см^3 анализируемой воды (температура воды не должна отличаться от температуры стандартных растворов, по которым калибруют электрод, более чем на $\pm 2\text{ }^\circ\text{C}$, в противном случае воду следует подогреть или охладить). Затем помещают в раствор магнит, приливают 5 см^3 буферного раствора и погружают в раствор тщательно промытые дистиллированной и анализируемой водой ионоселективный хлоридный и вспомогательный электроды. При перемешивании с помощью магнитной мешалки измеряют ЭДС. По градуировочному графику находят значение pF анализируемой воды.

Расчет

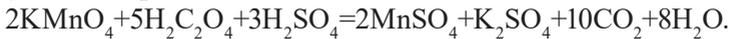
Концентрацию фторидов в воде (X) мг/дм³ рассчитывают по формуле:

$$X=10^{-pF} \times 19 \times 1000,$$

где pF – показатель концентрации фторид-иона, найденный по графику; 35,5 – молярная масса иона фтора, г/моль; 1000 – коэффициент перехода от граммов к миллиграммам.

3.18. Перманганатная окисляемость воды по методу Кубеля [1]

Сущность метода. Метод Кубеля основан на окислении веществ, присутствующих в пробе воды, раствором перманганата калия в сернокислой среде при кипячении. Реакция протекает следующим образом:



Без разбавления можно определить окисляемость до 10 мг O₂/дм³. Наивысшее допустимое разбавление проб – десятикратное. Это означает, что метод можно использовать только для проб, окисляемость которых ниже 100 мг O₂/дм³.

Реактивы и оборудование

1. Серная кислота, разбавленная 1:3.
2. Щавелевая кислота, раствор с концентрацией 0,01 моль-экв/дм³.
3. Перманганат калия, раствор с концентрацией 0,01 моль-экв/дм³.
4. Коническая колба.
5. Пипетка Мора на 100 см³.
6. Мерная пробирка.
7. Плитка.
8. Стеклянная воронка.
9. Бюретка.

Подготовка к анализу

Подготовка к анализу состоит в приготовлении следующих растворов, имеющих ограниченные сроки годности, либо расходуемые при определениях:

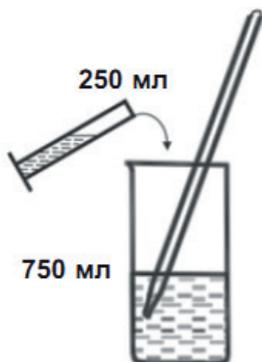


Рисунок 3.37 – Стекланый стакан наполнить дистиллированной водой объемом 750 мл. К воде медленно, при постоянном помешивании, добавляйте 250 мл серной кислоты



Рисунок 3.38 – К раствору в стакане пипеткой-капельницей по каплям добавляйте раствор перманганата калия

- раствор серной кислоты (1:15) – применяется для приготовления стандартного раствора щавелевой кислоты;
- основной и рабочий раствор перманганата калия;
- основной и стандартный раствор щавелевой кислоты.

При приготовлении данных растворов требуются мерные колбы на 100 мл и на 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л.

Приготовление раствора серной кислоты

В термостойкий стеклянный стакан поместите 750 мл дистиллированной воды. К воде медленно, при постоянном помешивании, добавляйте 250 мл серной кислоты (1 : 3) (рисунок 3.37).

Далее к раствору в стакане пипеткой-капельницей по каплям добавляйте раствор перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента до стабильного бледно-розового оттенка. Срок хранения – 1 год (рисунок 3.38).

Приготовление основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента)

При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора перманганата калия, приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра перманганата калия. Для его приготовления содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в дистиллированной воде (рисунок 3.39). Доведите объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешайте. Раствор можно применять не ранее чем через 2–3 недели. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия, оставшийся раствор перелейте в посуду из темного стекла. Срок годности раствора – 5 месяцев при условии хранения в герметично закрытом сосуде в темном месте.

Приготовление основного раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)

10 мл основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой поместите в мерную колбу на 100 мл. Доведите объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте (рисунок 3.40). Готовым раствором за-

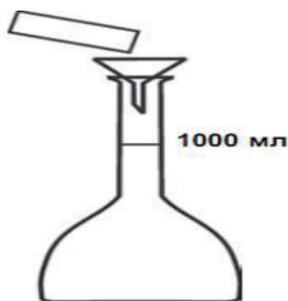


Рисунок 3.39 – Для приготовления раствора перманганата калия содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в дистиллированной воде

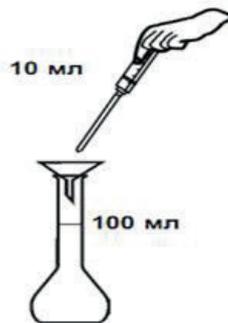


Рисунок 3.40 – В коническую колбу с помощью пипетки поместить 10 мл основного раствора перманганата калия и довести объем до 100 мл с помощью дистиллированной воды

полните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия. Срок годности раствора – 3 месяца при условии хранения в темном месте.

Примечание. Необходимо установить поправочный коэффициент приготовленного рабочего раствора.

Установка поправочного коэффициента рабочего раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)

Поправочный коэффициент раствора устанавливают в день проведения анализа.

В коническую колбу налейте 50 мл дистиллированной воды, прибавьте 5,0 мл стандартного раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента) и 2,5 мл раствора серной кислоты (1:3). Смесь нагрейте до кипения на плитке с закрытой спиралью, слегка охладите (до 80–90 °С) и титруйте рабочим раствором перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента) до слабо-розовой окраски. Поправочный коэффициент (К) для приведения концентрации раствора перманганата калия точно к 0,01 моль/л эквивалента рассчитайте по формуле

$$K = \frac{S}{V},$$

где S – объем раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента), мл; V – объем раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента), мл.

Если поправочный коэффициент раствора отличается от 1 менее чем на + 0,005, то считайте его равным 1.

Приготовление основного раствора щавелевой кислоты (0,1 моль/л эквивалента)

При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора щавелевой кислоты, приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра. Для этого содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в растворе серной кислоты (1:15). Добавьте объем раствора до метки тем же раствором, перемешайте. Срок годности – 6 мес. при хранении в темном месте (рисунки 3.41).

Ход определения

Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты (0,1 моль/л эквивалента)

При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора щавелевой кислоты приготовьте новый раствор. Для этого 10 мл основного раствора (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой поместите в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите объем до метки раствором серной кислоты (1:15), перемешайте (рисунок 3.42).

Готовым раствором заполните соответствующий освобожденный флакон из состава изделия. Срок годности раствора – 2 недели.

Анализ пробы воды

В коническую колбу на 200–250 см³ наливают пипеткой 100 см³ испытуемой воды. Прибавляют 5 см³ раствора серной кислоты (1:3) и ставят на плитку. При появлении первых пузырьков (начало кипения) в пробу добавляют из бюретки точно 10 см³ 0,01 Н раствора перманганата калия. После этого пробу кипятят на малом огне 10 минут. Для равномерного кипения рекомен-

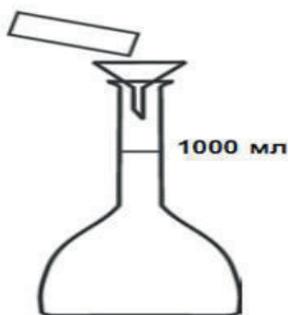


Рисунок 3.41 – Для приготовления раствора щавелевой кислоты содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в растворе серной кислоты

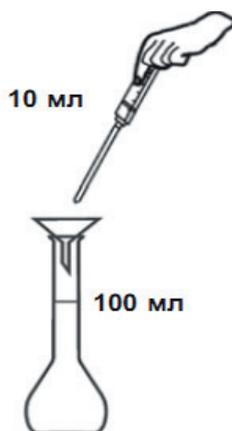


Рисунок 3.42 – 10 мл раствора щавелевой кислоты поместить в колбу и довести объема 100 мл раствором серной кислоты

дуется поместить в колбу несколько стеклянных капилляров, запаянных с одного конца. Колбу при кипячении прикрывают стеклянной воронкой, которая выполняет функцию обратного холодильника. Если во время кипячения исследуемая вода обесцветилась или потеряла характерную малиновую окраску перманганата калия, определение надо начать сначала, предварительно разбавив исследуемую воду дистиллированной водой.

По окончании кипячения пробу снимают с огня и в нее добавляют из бюретки точно 10 см^3 $0,01 \text{ Н}$ раствора щавелевой кислоты $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$. Обесцветившуюся горячую жидкость оттитровывают $0,01 \text{ Н}$ раствором KMnO_4 до появления слабо-розового оттенка.

Стандартизация титранта

Стандартизация титранта проводится одновременно с анализом. В только что оттитрованную пробу, имеющую температуру около $50\text{--}60 \text{ }^\circ\text{C}$, снова прибавляют 10 см^3 $0,01 \text{ н}$ раствора щавелевой кислоты и снова титруют раствором перманганата калия до появления слабо-розовой окраски.

Поправку к титру раствора KMnO_4 определяют из соотношения:

$$K = \frac{10}{V},$$

где K – поправочный коэффициент к концентрации титранта; 10 – объем раствора щавелевой кислоты, см^3 ; V – объем раствора перманганата калия, см^3 .

Определение перманганатной окисляемости при разведении воды

При разведении испытуемой воды дистиллированной при подсчете окисляемости, вводят поправку на дистиллированную воду. Для этого проводят все определения со 100 см^3 дистиллированной воды совершенно так же, как и с исследуемой водой. Объем раствора перманганата калия (в см^3), пошедший на окисление дистиллированной воды, при подсчете окисляемости вычитают из объема раствора KMnO_4 , израсходованного на окисление пробы.

Расчет

Перманганатную окисляемость X в мг O_2 /дм³ рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times H \times K \times \mathcal{E}_{O_2} \times 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

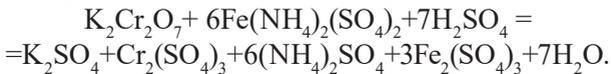
где V_1 – объем раствора перманганата калия, пошедшего на титрование пробы, см³; V_2 – объем раствора перманганата, пошедшего на титрование дистиллированной воды, см³; H – концентрация титранта – перманганата калия, моль-экв/дм³; K – поправочный коэффициент к концентрации титранта; \mathcal{E}_{O_2} – эквивалент кислорода, 8 г/моль-экв.; $V_{\text{пробы}}$ – объем анализируемой воды, см³; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

3.19. Арбитражный метод определения ХПК [10]

Суцность метода. Органические вещества окисляют дихроматом калия в серной кислоте, разбавленной водой (1:1). Дихромат при этом восстанавливается до солей хрома (III) согласно уравнению:



Окисление органических веществ в этих условиях ускоряется и охватывает практически все органические вещества, если вводить в реакционную смесь катализатор – сульфат серебра. При анализе природных вод определение проводят без катализатора. Количество неизрасходованного на окисление дихромата калия в растворе определяют титрованием солью Мора $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \times 6H_2O$. При этом протекает окислительно-восстановительная реакция:



Это основной метод определения окисляемости, он используется при анализе сточных и загрязненных вод, окисляемость которых равна или превышает 100 мг O_2 /дм³.

В этих условиях не окисляются пиридин и его гомологи, пиррол, пирролидин, пролин, никотиновая кислота и некоторые другие азотсодержащие гетероциклические соединения,

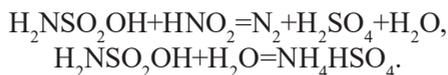
бензол, толуол и другие ароматические углеводороды, парафин, нафталин.

Если анализируемая проба содержит неорганические восстановители, то количество их, определяемое отдельно соответствующими методами, должно быть вычтено (в пересчете на кислород) из результата определения ХПК.

Мешающие вещества

Мешающее влияние хлоридов, окисляющихся в процессе определения до молекулярного хлора, устраняют маскированием их сульфатом ртути (II) в количестве 22,2 мг HgSO_4 на 1 мг Cl^- . Образующийся очень мало диссоциирующий хлорид ртути (II) достаточно устойчив даже в присутствии большой концентрации серной кислоты и бихромата.

Мешают определению нитриты, часто присутствующие в сточных водах, прошедших биохимическую очистку. Для их устранения в колбу вводят по 10 мг сульфаминовой кислоты на 3 мг NO_2^- . При кипячении раствора нитрит-ионы восстанавливаются до молекулярного азота, а избыток сульфаминовой кислоты переходит в сульфат аммония:



Реактивы и оборудование

1. Серная кислота концентрированная.
2. Сульфат серебра.
3. N – фенилантралиловая кислота или ферроин.
4. Дихромат калия, 0,25 N, раствор.
5. Соль Мора, 0,25 N, раствор.
6. Сульфат ртути (II).
7. Колбы для титрования.
8. Бюретки.
9. Колба с обратным холодильником.
10. Кипелки или кусочки пемзы.
11. Цилиндры.
12. Пипетки.

Ход определения Подготовка пробы

Анализировать можно предварительно профильтрованную пробу или всю пробу вместе с присутствующим в ней осадком (в зависимости от поставленной цели). Фильтр надо предварительно промыть горячей водой и, проводя фильтрацию, отбросить первую порцию (200–250 см³) фильтрата. Нельзя фильтровать сточную воду, содержащую вещества, которые могут улетучиваться во время фильтрования или окисляться кислородом воздуха. В таких случаях фильтрование заменяют продолжительным отстаиванием сточной воды и для анализа отбирают пипеткой верхний прозрачный слой.

Стандартизация титранта

Титр раствора соли Мора устанавливают по стандартному раствору бихромата калия. Берут 10 см³ стандартного раствора, разбавляют его дистиллированной водой до 250 см³, приливают 20 см³ концентрированной серной кислоты и дают остыть. Затем прибавляют 3–4 капли раствора ферроина или 5–10 капель раствора N – фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора.

Определение дихроматной окисляемости

Отбирают такой объем анализируемой сточной воды, чтобы на окисление расходовалось не более 20 см³ стандартного раствора дихромата калия и чтобы в ней содержалось не более 40 мг хлорид-ионов, разбавляют до 50 см³ дистиллированной водой и переносят в круглодонную колбу вместимостью 300 см³. Прибавляют 1 г сульфата ртути (II), 5 см³ серной кислоты, перемешивают до растворения сульфата ртути, затем вливают 25,0 см³ стандартного раствора дихромата калия. Очень осторожно, малыми порциями вливают 70 см³ серной кислоты, всыпают 0,4–0,5 г сульфата серебра, вводят в колбу несколько стеклянных бусин или кусочков пемзы, закрывают пробкой, соединенной с обратным холодильником, и нагревают при слабом кипении 2 часа. Затем охлаждают, обмывают стенки холодильника 25 см³ дистиллированной воды и переносят содержимое этой колбы

в коническую колбу вместимостью 500 см³, обмывая стенки первой колбы несколько раз дистиллированной водой. Добавив дистиллированную воду до объема 350 см³, вводят 3–4 капли раствора ферроина или 10–15 капель раствора N – фенилантрапиловой кислоты и оттитровывают избыток дихромата титрованным раствором соли Мора. При титровании раствор вначале приобретает фиолетовую окраску, а затем изумрудно-зеленую, что является сигналом окончания титрования.

Проводят холостой опыт; для этого берут 50 см³ дистиллированной воды и проводят ее через все ступени анализа.

Расчет

Химическое поглощение кислорода (ХПК), выраженное числом миллиграммов кислорода на 1 дм³ сточной воды, вычисляют по формуле:

$$ХПК = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times \mathcal{E}_{O_2} \times 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где V_1 – объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование в холостом опыте, см³; V_2 – объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование пробы, см³; N – концентрация титрованного раствора соли Мора, моль-экв/дм³; \mathcal{E}_{O_2} – эквивалент кислорода, 8 г/моль-экв.; $V_{\text{пробы}}$ – объем анализируемой сточной воды, см³; 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

3.20. Ускоренный метод определения ХПК [1]

Этот метод предназначен для постоянных ежедневных анализов, проводимых для контроля работы очистных сооружений или состояния воды в водоеме. Результаты определения, как правило, получаются несколько ниже, чем при анализе арбитражным методом, но они обычно достаточно хорошо воспроизводимы. Рекомендуется периодически проводить определения обоими методами – ускоренным и арбитражным – для нахождения приблизительного коэффициента пересчета. Следует учитывать, что расхождения между результатами обоих методов

особенно велики, когда проба содержит трудноокисляемые вещества, такие как уксусная кислота, аланин, бензол и др.

Главная особенность ускоренного метода – повышенная концентрация H_2SO_4 . Нагревания извне не требуется, температура повышается за счет тепла, выделяющегося при смешении воды с концентрированной серной кислотой.

Ход определения

Если ХПК анализируемой воды – в пределах 500–400 мг/дм³ кислорода, берут для анализа 1 см³ пробы, если ХПК 50–500 мг/дм³, отбирают 5 см³ пробы, если ХПК выше 4000 мг/дм³, пробу предварительно разбавляют, если же ХПК ниже 50 мг/дм³, этот метод применять нельзя.

В пробу вводят 2,5 см³ 0,25 Н раствора дихромата калия, затем 0,2 г сульфата ртути (II) и при перемешивании – концентрированную серную кислоту (7,5 см³ на 1 см³ пробы, 15 см³ – на 5 см³ пробы).

Осторожно! При этом температура раствора поднимается выше 100 °С! Через 2 минуты охлаждают раствор до комнатной температуры, приливают 100 см³ дистиллированной воды и титруют избыток бихромата, как в арбитражном методе.

3.21. Биохимическое потребление кислорода (БПК) [1]

В процессе биохимического окисления органических веществ в воде происходит уменьшение концентрации растворенного кислорода (РК), и эта убыль косвенно является мерой содержания в воде органических веществ.

БПК – количество кислорода в миллиграммах, требуемое для окисления находящихся в 1 л воды органических веществ в аэробных условиях, без доступа света, при 20 °С, за определенный период в результате протекающих в воде биохимических процессов. Обычно определяют БПК за 5 суток инкубации, однако содержание некоторых соединений более информативно характеризуется величиной БПК за 10 суток или за период полного окисления. Инкубацию пробы проводят без доступа света.

В поверхностных водах величина БПК₅ колеблется в пределах от 0,5 до 5 мг/л. Она подвержена суточным и сезонным колебаниям.

Предельно допустимое значение для БПК₅ для водоемов хозяйственно-питьевого водопользования – 3 мг/л. Для водоемов культурно-бытового водопользования – 6 мг/л. Соответственно те же значения БПК₅ составляют примерно 2 и 4 мг/л.

Метод определения

Метод определения БПК₅ основан на измерении концентрации растворенного кислорода (РК), который определяется методом йодометрического титрования по Винклеру.

Оборудование и реактивы

1. Оборудование, реактивы и принадлежности, необходимые для определения растворенного кислорода методом Винклера.
2. Колибровочные склянки для инкубации проб, чашки Петри.
3. Термостат-инкубатор, обеспечивающий поддержание температуры (20 °С).

Отбор проб и подготовка к анализу

Для отбора проб при определении БПК₅ используются бутылки из стекла. Допускается хранение проб в течение не более 1 суток.

Аэрация пробы

Пробу воды аэрируют для насыщения кислородом воздуха не более 15 мин перед анализом. Перед аэрацией доводят температуру пробы до 20 °С (нагревают или охлаждают). Для аэрации пробу помещают в стеклянный сосуд (колбу, делительную воронку и т. п.) такой вместимости, чтобы аэрируемая проба занимала не более 1/3 объема сосудов, и встряхивают в течение 10 минут.

Проведение анализа

Заполните анализируемой водой, прошедшей аэрирование, 3 кислородные склянки (рисунок 3.43).



Рисунок 3.43 – Наполнение 3-х склянок анализируемой водой



Рисунок 3.44 – Определение исходного содержания кислорода в контрольной склянке

В одной из кислородных склянок (контрольной) сразу же определите и рассчитайте исходное (контрольное) содержание кислорода (C_k) (рисунок 3.44).



Промежуток времени между азированием пробы и последующей фиксацией кислорода не должен превышать 15 минут.

Две другие склянки (или более) с анализируемой водой (инкубационные) разместите в темноте в кювету термостата пробкой вниз, под водяной затвор (рисунок 3.45).

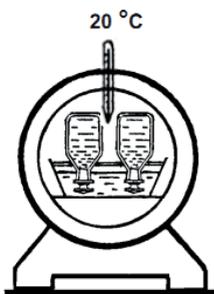


Рисунок 3.45 – Размещение стеклянных склянок в термостате пробкой вниз

Примечание. Инкубации подвергается проба в нескольких склянках, т.к. в случае получения ошибочных результатов выполнить анализ повторно окажется невозможно.

Выполните инкубирование проб, непрерывно термостатируя их при температуре $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ в течение 5 суток в инкубационных склянках. Определите и рассчитайте остаточное содержание кислорода ($C_{и}$).

Значение $C_{и}$ рассчитайте как среднее арифметическое значений, полученных для склянок с инкубированной пробой.

Значение БПК₅, в мг/л определите по формуле:

$$\text{БПК}_5 = C_k - C_{\text{и}}$$

где C_k – концентрация РК в контрольной склянке, мг/л; $C_{\text{и}}$ – концентрация РК по истечении периода инкубации, мг/л.

Пример расчета БПК₅

Концентрация РК в контрольной склянке (C_k) составила 8,8 мг/л. По истечении 5 суток инкубации среднее арифметическое значение концентрации РК (C) составило 7,2 мг/л.

Значение БПК₅ составляет:

$$\text{БПК}_5 = C_k - C_{\text{и}} = 8,8 - 7,2 = 1,6 \text{ мг/л.}$$

3.22. Биохимическое потребление кислорода (БПК) [7]

Сущность метода. Метод основан на определении концентрации растворенного кислорода в воде через определенное количество времени (БПК за 5, 7, 20 суток) в анаэробных условиях при температуре 20 °С.

Ход определения

1–1,5 дм³ исследуемой воды наливают в колбу или бутыл, наполняя ее на 2/3, и аэрируют ее в течение 1 минуты путем интенсивного встряхивания. Набирают воду в две откалиброванные специальные колбы с пробками для определения растворенного кислорода. В одной колбе сразу определяют содержание растворенного кислорода по Винклеру. Вторую колбу выдерживают в термостате при 20 °С в течение определенного количества времени, и затем снова определяют содержание растворенного кислорода.

Расчет

Расчет БПК в мг O₂/дм³ производится по разности между содержанием кислорода в исходной воде и в воде, выдержанной определенное время.

3.23. Пенистость [1]

Пенистостью считается способность воды сохранять искусственно созданную пену. Данный показатель может быть

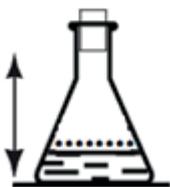


Рисунок 3.46 –
Заполнение конической
колбы на 1/3 водой

использован для качественной оценки присутствия таких веществ, как детергенты (поверхностно-активные вещества) природного и искусственного происхождения. Пенистость определяют в основном при анализе природных и сточных вод.

Методика анализа проста: колбу на 0,5 л с пробкой заполняют на 1/3 водой, встряхивают 0,5 мин (рисунок 3.46).

Проба считается положительной, если пена сохраняется более 1 мин. Величина рН воды при этой процедуре должна быть 6,5–8,5 (при необходимости воду нейтрализуют).

3.24. Нефтепродукты [1]

ПДК нефтепродуктов для водоемов культурно-бытового назначения составляет 0,3 мг/л, лимитирующий показатель вредности – органолептический, для водоемов рыбохозяйственного назначения – 0,05 мг/л.

Метод определения

Метод определения нефтепродуктов является экстракционным бумажно-хроматографическим.

Методика анализа включает предварительную концентрацию нефтепродуктов путем экстрагирования из водной среды некоторым растворителем – четыреххлористым углеродом в кислой среде при рН 3...4.

Диапазон определяемых концентраций нефтепродуктов в воде – от 0,6 до 20 мг/л, выполнение анализа – не более 4 часов, включая стадию экстракции пробы.

Оборудование

1. Воронка делительная на 100 мл.
2. Воронка делительная на 1 л или сосуд для экстракции с пробкой (плоскодонная колба, стеклянная бутылка),
3. Склянка для хранения экстрактов (2 шт.).
4. Стаканчик для хроматографирования (2 шт.).

5. Пипетка, градуированная на 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой.
6. Пипетка-капельница полимерная на 1 мл (2 шт.).
7. Бумага индикаторная универсальная, полоски для хроматографирования (6×60 мм).
8. График зависимости длины пятна от массы нефтепродуктов в пробе, шкала миллиметровая.
9. Раствор соляной кислоты (1:2), углерод четыреххлористый.

Отбор проб

Для отбора проб использует стеклянные пробоотборники (бутыли, батометры), предварительно откалиброванные при температуре воды 20 °С по фактическому объему с погрешностью не более +2 %, имеющее соответственные метки: 0,2, 0,5 и 1,0 л.

Для выполнения анализа рекомендуется отбирать пробу объемом около 1 л, однако объем пробы может, в зависимости от ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде, составлять 0,2 и 0,5 (таблица 3.4).

Таблица 3.4 – Объем отбираемой пробы в зависимости от значения ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде

Значение ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде, мг/л	Объем отбираемой на анализ пробы, л
1–2	1,0
2–5	0,5
5–20	0,2

При отборе проб соблюдайте следующие правила.

Бутыль перед отбором должна быть ополоснута экстрагентом и высушена.

Для анализа используйте весь объем пробы, причем пробоотборник водой не ополаскивайте.

Вместе с пробой в пробосборник не должны попадать пленочные НП и агрегаты, пропитанные НП.

Перед отбором проб из трубопроводов необходимо предварительно слить из пробоотборной точки волю в течение 5–10 мин.

В случае если анализ отобранных проб не выполняются в течение 3–4 ч после отбора проб, к пробе в пробоотборник

необходимо добавить экстрагент или провести экстракцию на месте отбора проб.

Максимальный рекомендуемый срок хранения проб – не более 1 суток при условии добавления экстрагента или экстракции и при охлаждении до 2–5 °С.

Выполнение определения

Поместите в делительную воронку или иной используемый для экстракции сосуд (плоскодонную колбу, бутылку) пробу воды в необходимом объеме (см. таблицу 3.4).

Проба должна занимать не более 2/3 объема сосуда (рисунок 3.47).

Доведите значения рН пробы до 3–4, добавляя пипеткой-капельницей раствор соляной кислоты (рисунок 3.48). Значение рН контролируйте по универсальной индикаторной бумаге. Добавьте градуированной пипеткой 10 мл экстрагента.

Закройте воронку (сосуд) пробкой и интенсивно перемешивайте содержимое в течение 3–5 мин для проведения экстракции (рисунок 3.49).

Оставьте воронку в вертикальном положении на 10–20 мин. Для расслоения жидкости (рисунок 3.50).

В случае проведения экстракции в делительной воронке большого объема выполняйте отделение экстракта от остатков



Рисунок 3.47 – Заполнение делительной воронки пробой воды

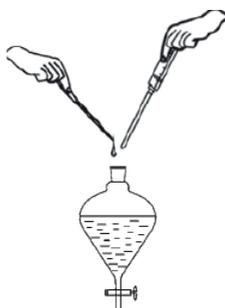


Рисунок 3.48 – Добавление пипеткой раствора соляной кислоты в анализируемую воду



Рисунок 3.49 – Закрывать воронку (сосуда) пробкой

10–20 мин.

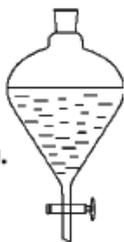


Рисунок 3.50 –
Установить воронку
в вертикальном
положении
на 10–20 мин

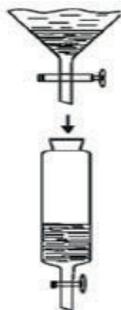


Рисунок 3.51 – Пере-
несение нижнего слоя
с небольшим количе-
ством воды в дели-
тельную воронку
на 100 мл

10–20 мин.



Рисунок 3.52 –
Воронку оставить
в вертикальном
положении
на 10–29 мин

воды, слив его в склянку для хранения экстракта. Склянку плотно закройте пробкой.

Примечание: экстракт можно хранить в прохладном месте в вертикальном положении до 1 суток.

В случае проведения экстракции в колбе или бутылки, перенесите нижний слой с небольшим количеством воды в делительную воронку на 100 мл. Оставьте воронку в вертикальном положении на 10–20 мин. Для расслоения жидкости (рисунок 3.51).

Оставьте воронку в вертикальном положении на 10–29 мин для окончательного разделения фаз (рисунок 3.52).

Отделите экстракт от остатков воды, слив его в склянку для хранения экстракта (рисунок 3.53). Склянку плотно закройте пробкой.

Примечание: экстракты можно хранить в герметично закрытых склянках в прохладном месте в вертикальном положении до 1 суток.

В. Анализ экстракта

Отберите из склянки с экстрактом пипеткой-капельницей 1,0 мл экстракта и перенесите в стаканчик для хроматографирования (рисунок 3.54).

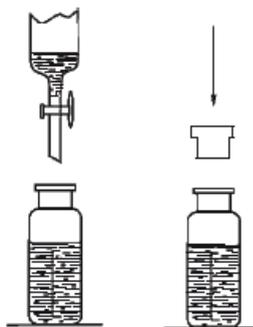


Рисунок 3.53 – Отделение экстракта от остатка воды

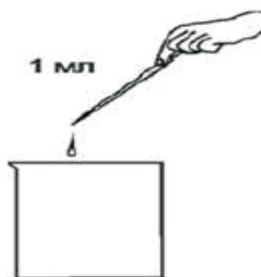


Рисунок 3.54 – Отбор экстракта пипеткой-капельницей объем 1 мл

Проведите хроматографирование. Для этого поместите в стаканчик с экстрактом полоску для хроматографирования под углом таким образом, чтобы нижний конец полоски упирался в противоположную стенку стаканчика, а верхний край полоски выступал за край стаканчика на 2–3 мм (рисунок 3.55, а).

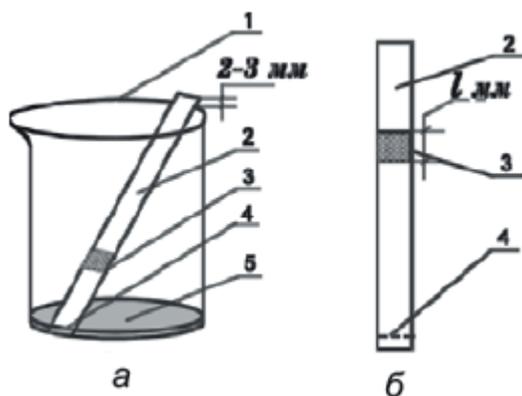


Рисунок 3.55 – Определение содержания нефтепродуктов бумажной хроматографии: а – положение полоски в стаканчике при хроматографировании; б – расположение пятна на полоске после хроматографирования. 1 – стаканчик, 2 – хроматографическая полоска; 3 – участок хроматографической полоски с пятном НП; 4 – граница погружения полоски для хроматографирования; 5 – экстракт

Примечания: 1. Наклоны и тряска (качание основы) в период хроматографирования могут привести к неправильному результату при анализе. 2. Для повышения надежности результатов целесообразно выполнить одновременно анализ двух проб воды.

Выберите полоску после хроматографирования в стаканчике до полного испарения растворителя, не закрывая стаканчик (рисунок 3.55, а) около 3 часов.

Измерьте линейкой длину масляного пятна НП на полоске (рисунок 3.55, б) с точностью до 1 мм.

Определите НП ($M_{\text{НП}}$, мг) в пробе анализируемой воды, используя градуировочный график (рисунок 3.56).

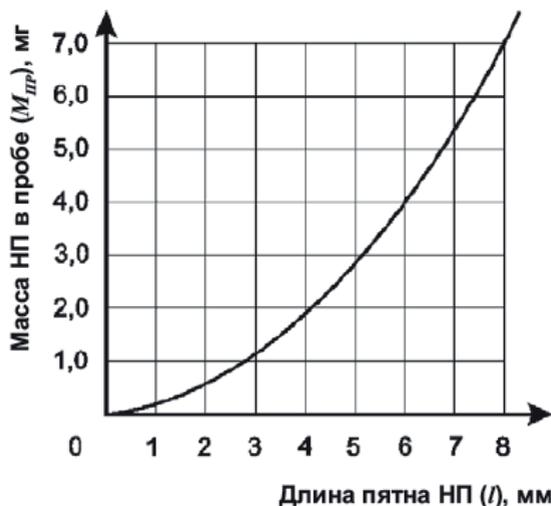


Рисунок 3.56 – Градуировочный график зависимости длины пятна (l) от массы нефтепродуктов на полоске после хроматографирования в пробе анализируемой воды

Рассчитайте концентрацию НП в пробе анализируемой воды ($C_{\text{НП}}$ мг/л) по формуле:

$$C_{\text{НП}} = \frac{M_{\text{НП}}}{V_{\text{П}}},$$

где $M_{\text{НП}}$ – масса НП в пробе, определенная по графику (рисунок 68), мг; $V_{\text{П}}$ – объем пробы воды, взятой на анализ, л.

Пример

Объем пробы, отобранной для анализа, составляет 0,5 л. После экстракции НП, хроматографирования экстракта и после его испарения на полоске осталось маслянистое пятно длиной 2 мм. Пользуясь графиком (рисунок 3.56), определим массу нефтепродуктов в пробе анализируемой воды, равную 0,5 мг. Рассчитаем концентрацию нефтепродуктов в пробе воды:

$$C_{НП} = \frac{M_{НП}}{V} = \frac{0,5}{0,5} = 1.$$

В результате, концентрация НП в анализируемой воде составляет 1 мг/л.

3.25. Поверхностно-активные вещества (ПАВ) [1]

Метод определения – колориметрический.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка-капельница полимерная на 3 мл (1 шт.) и на 1 мл (4 шт.).
2. Пипетка градуированная на 10 мл, пробирка стеклянная с меткой 10 мл и пробкой.
3. Пробирка градуированная для приготовления 3 %-ного раствора перекиси водорода.
4. Флакон для хранения 3 %-ного раствора перекиси водорода.
5. Контрольная шкала образцов окраски для определения аноиноактивных ПАВ (0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мг/л).
6. Раствор метиленового голубого, раствор перекиси водорода 30 % (перегидроль), раствор серной кислоты 0,3 %-ный, буферный фосфатный, хлороформ.

Подготовка к работе

Подготовка к работе состоит в приготовлении 3 %-ного раствора перекиси водорода, который применяется свежеприготовленным.

Приготовление 3 %-ного раствора перекиси водорода

В градуированную пробирку для приготовления 3 %-ного раствора перекиси водорода поместите 1 мл перекись водорода

30 %, используя пипетку-капельницу на 1 мл. Объем раствора в пробирке доведите до метки 10 мл, добавляя дистиллированную воду (9 мл). Готовый раствор перелейте во флакон для хранения 3 %-ного раствора перекиси водорода. Раствор применяйте свежеприготовленный (в день приготовления) (рисунок 3.57).

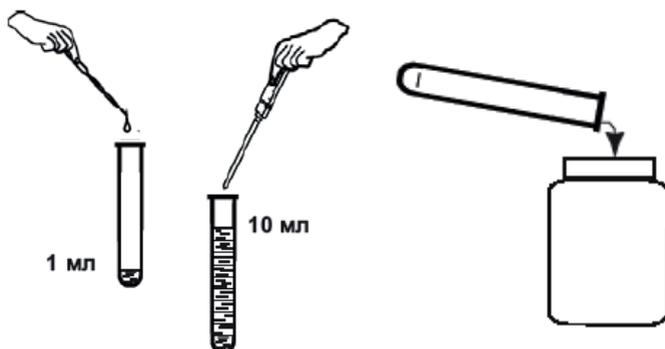


Рисунок 3.57– Объем раствора перекиси водорода в пробирке 1,0 мл довести до объема 10 мл, добавляя дистиллированную воду. Готовый раствор перелить во флакон для хранения

Отбор проб

Для отбора проб при определении анионоактивных ПАВ используются бутылки из стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб для данного анализа зависит от способа консервации пробы – 4 суток при условии подкисления до pH; менее 2 – серной кислотой и охлаждении до 2–5 °С, либо 7 суток при условии добавления 2–4 мл хлороформа на 1 л и охлаждении до 2–5 °С.

Выполнение определения

Ополосните стеклянную пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку воды до отметки 10 мл (рисунок 3.58).

Добавьте в пробирку последовательно разными пипетками 1,0 мл 3%-ного раствора перекиси водорода, 1,0 мл фосфатного



Рисунок 3.58 – Наполнение пробирки объемом 10 мл



Рисунок 3.59 – Добавление в пробки
1,0 мл перекиси водорода поэтапно:
1,0 мл фосфатного буферного раствора,
1,0 мл раствора метиленового голубого



Рисунок 3.60 –
Добавление 3,0 мл
хлороформа

буферного раствора, 1,0 мл раствора метиленового голубого. После добавления каждого реактива пробирку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора (рисунок 3.59).

Добавьте пипеткой 3,0 мл хлороформа, после чего пробирку закройте пробкой и перемешайте содержимое осторожным встряхиванием в течение 1 мин, придерживая пробку пальцем (рисунок 3.60).

Добавьте 1,0 мл 0,3 %-ного раствора серной кислоты, осторожным встряхиванием перемешайте в течение 1 мин. Пробирку оставьте на 2–5 мин для разделения слоев жидкости (рисунок 3.61).



Рисунок 3.61 –Добавление 1,0 мл серной кислоты

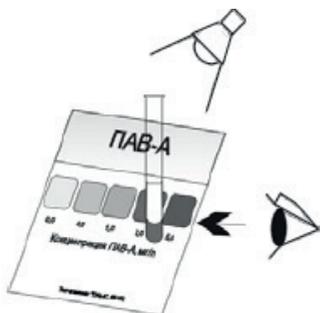


Рисунок 3.62 – Визуальное колориметрирование пробы



Рисунок 3.63 – Для фотоколориметрического определения хлороформный слой поместите в стеклянную кювету (10 мм)

Проведите визуальное колориметрирование пробы, сравнивая окраску нижнего (хлороформного) слоя с окраской ближайшего по окраске поля контрольной шкалы (рисунок 3.62).

Для этого пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы и, освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определите при взгляде сбоку ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации ПАВ в мг/л.

При фотоколориметрическом определении хлороформный слой поместите в стеклянную кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре (рисунок 3.63).

3.26. Титриметрический метод определения аммиака [7]

Сущность метода. Метод основан на титровании аммиака, обладающего слабыми основными свойствами, раствором кислоты в присутствии индикатора.

Реактивы и оборудование

1. Бромфеноловый синий.
2. Метиловый красный.
3. Серная кислота, 0,02 н, раствор.
4. Бюретки.
5. Конические колбы.

Предварительная отгонка аммиака

При низком содержании NH_4^+ и NH_3 , когда отсутствуют мешающие вещества, отгонку можно не проводить, но она все же обязательна при наличии мути, при присутствии сильно окрашенных веществ, при кислотности, превышающей 100 мг/дм^3 , и щелочности, превышающей 500 мг/дм^3 . Если отгонку проводить из сильнощелочного раствора, то при этом возможен гидролиз некоторых азотсодержащих органических веществ с образованием аммиака, поэтому отгонку надо вести при соответствующем рН исходного раствора.

Отгонку аммиака рекомендуется проводить при рН 9,5 (если предполагается присутствие цианатов, а также большинства азотсодержащих органических соединений), при рН 7,4 (когда предполагается присутствие карбамида) и из сильнощелочной среды (если анализируют сточные воды, содержащие большие количества фенолов – сточные воды коксохимических заводов, газогенераторных предприятий и др.). Если наряду с фенолами присутствуют вещества, гидролизующиеся в щелочной среде, то отгонку надо провести дважды: сначала при рН = 7,4, собирая отгон в разбавленный раствор сильной кислоты, потом подщелочив этот отгон до сильнощелочной реакции.

Поглотителем аммиака служит раствор борной кислоты, когда определение заканчивают титрованием или фотометрическим методом с реактивом Несслера. При применении фенол-гипохлоритного метода отогнанный аммиак поглощают раствором серной кислоты. Отгонку проводят из круглодонной колбы вместимостью от 800 до 2000 см^3 с вертикальным холодильником, конец которого (или форштос) надо погрузить в раствор кислоты, находящийся в приемнике.

Реактивы и оборудование для отгонки

1. Безаммиачная вода: бидистиллят пропускают через колонку с катионитом КУ-2.
2. Боратный буферный раствор, рН 9,54: к 500 см^3 $0,025 \text{ М}$ раствора тетрабората натрия, содержащего $9,5 \text{ г/дм}^3$ $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \times 10\text{H}_2\text{O}$, приливают 88 см^3 $0,1 \text{ Н}$ раствора NaOH и разбавляют безаммиачной водой до 1 дм^3 .
3. Фосфатный буферный раствор, рН 7,4.

4. Дехлорирующий раствор: 3,5 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ растворяют в безаммиачной воде и разбавляют до 1 дм³.
5. Поглощающие растворы: 0,2 н H_2SO_4 или 0,2 н HCl , или раствор борной кислоты: растворяют 40 г H_3BO_3 в безаммиачной воде и разбавляют такой же водой до 1 дм³.
6. Колбы для отгонки, холодильник.
7. Мерные цилиндры, мерная колба.

Ход отгонки

Отгонку следует проводить в комнате, воздух которой не содержит аммиака. В колбу для отгонки вместимостью 800–1000 см³ помещают 400 см³ анализируемой сточной воды (или меньший объем, разбавленный до 400 см³ безаммиачной водой). Если проба содержит «активный хлор», ее предварительно дехлорируют добавлением эквивалентного количества дехлорирующего реагента. Пробу нейтрализуют, если надо, до $\text{pH} = 7$ разбавленной кислотой или щелочью, определив необходимое количество титрованием отдельной порции. Затем приливают 25 см³ буферного раствора ($\text{pH} = 9,5$ или $7,4$ в зависимости от предполагаемых загрязнений) или 20 см³ раствора едкого натра при анализе фенольных вод. В приемник наливают указанное количество поглощающего раствора: при титриметрическом методе или фотоколориметрическом методе с реактивом Несслера – 50 см³ раствора борной кислоты, при фотометрическом фенолгипохлоритном методе – 40 см³ 0,2 н H_2SO_4 или HCl .

Отгоняют 300 см³ жидкости, количественно переносят отгон в мерную колбу вместимостью 500 см³, разбавляют до метки безаммиачной дистиллированной водой и перемешивают.

Определение аммиака

К аликвотной части полученного после перегонки раствора (или ко всему раствору, не разбавляя его в мерной колбе) прибавляют несколько капель индикатора бромфенолового синего или метилового красного, и титруют 0,02 н раствором серной кислоты до изменения окраски индикатора. Проводят холостой опыт со всеми примененными в анализе реактивами: используют те же количества раствора борной кислоты, индикатора, вместо отгона используют дистиллированную воду, освобожденную от CO_2 кипячением.

Расчет

Содержание аммонийных ионов (X) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times H \times K \times \mathcal{E}_{NH_4} \times 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

если титровали весь отгон:

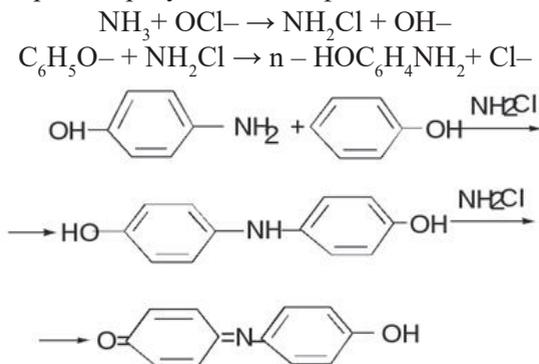
$$X = \frac{(V_1 - V_2) \times H \times K \times \mathcal{E}_{NH_4} \times V_3 \times 1000}{V_{\text{пробы}} \times V_{\text{аликв}}},$$

если отбирали аликвотную часть,

где V_1 – объем 0,02 н серной кислоты, израсходованной на титрование пробы, см³, V_2 – объем 0,02 н серной кислоты, израсходованной в холостом опыте, см³, H – концентрация титранта – серной кислоты, моль-экв/дм³, K – поправочный коэффициент к концентрации титранта, $V_{\text{пробы}}$ – объем воды, взятой для анализа, см³, $V_{\text{аликв}}$ – объем отобранной аликвотной части, см³, V_3 – объем мерной колбы, до которого был разбавлен отгон, см³, \mathcal{E}_{NH_4} – моль-эквивалент катиона аммония, г/моль-эквивалент, 1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

Фотометрический фенол-гипохлоритный метод определения аммиака

Сущность метода. При взаимодействии аммиака с гипохлорит-ионами образуется монохлорамин, который с фенолом в щелочной среде образует *n*-аминофенол:



Последний, реагируя со второй молекулой фенола, образует сначала 4,4' – дигидроксидифениламин, окисляющийся хлорамином с образованием синего красителя индофенола.

В качестве катализатора и стабилизирующего агента вводят соль марганца (II). Предел обнаружения $0,01 \text{ мг/дм}^3 \text{ NH}_4^+$. Диапазон измеряемых концентраций без разбавления пробы – $0,01\text{--} \text{ мг/дм}^3 \text{ NH}_4^+$.

Мешающие вещества

Определению NH_4^+ фенол-гипохлоритным методом мешают немногие вещества, их значительно меньше, чем при определении с реактивом Несслера. Сильно мешают сероводород и сульфиды. Их можно удалить, подкислив пробу до $\text{pH}=3$ и пропустив воздух до исчезновения запаха сероводорода. Мешают восстановители, реагирующие с гипохлоритом (например, цианиды, роданиды), большая щелочность пробы (выше 500 мг/дм^3), слишком большая кислотность (больше 100 мг-экв/дм^3) и вещества, вызывающие окраску воды или мутность. В таких случаях проводят предварительную отгонку аммиака. Во всех остальных случаях возможно определение NH_4^+ без предварительной отгонки аммиака.

Реактивы и оборудование

1. Бидистиллят, не содержащий аммиака. Дважды перегнанную воду пропускают через колонку с катионом КУ-2. Эту воду используют для приготовления реактивов и разбавления проб.
2. Фенолят натрия: В 100 мл безаммиачной дистиллированной воды растворяют 5 г свежеперегнанного фенола, 25 мл нитропрусида натрия и 0,1 г салициловой кислоты.
3. Гипохлорит натрия, 3 %-ный раствор.
4. Сульфат марганца (II), $0,003 \text{ M}$ раствор.
5. Стандартный раствор с содержанием ионов аммония $0,05 \text{ мг/см}^3$ (свежеприготовленный).
6. Пипетка на 5 см^3 .
7. Мерные пробирки.
8. Мерные колбы на 50 см^3 .

Ход определения

Построение калибровочного графика

В мерные колбы на 50 см³ вносят 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ рабочего стандартного раствора хлорида аммония с концентрацией ионов аммония 0,05 мг/см³ и доводят каждый раствор до метки безаммиачной водой. Концентрации NH₄⁺ в полученных растворах равны соответственно: 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг/дм³. Добавляют 20–30 см³ безаммиачной воды, 1 каплю раствора сульфата марганца, затем при непрерывном помешивании приливают 0,5 см³ раствора гипохлорита натрия и сразу же 0,6 см³ фенолята натрия, затем доводят объем водой до метки. Энергично взбалтывают 2 мин. Дают постоять 10 мин для развития окраски и измеряют оптическую плотность в кювете 2 см при $\lambda = 625$ нм (красно-оранжевый светофильтр). Раствор-фон готовят в колбе на 50 см³, используя безаммиачную воду и те же количества реактивов.

Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность – концентрация ионов NH₄⁺, мг/дм³.

Определение концентрации ионов аммония [7]

В мерную колбу вместимостью 50 см³ отбирают 10 см³ первоначальной пробы воды или раствора, полученного после отгонки аммиака. Этот раствор обрабатывают, как описано выше, и определяют его оптическую плотность.

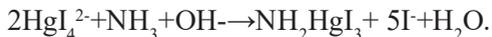
Расчет

Содержание аммонийных ионов (X) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X = \frac{C \times 50 \times V_{\text{отгон}}}{V_{\text{пробы}} \times V_{\text{аликвоты}}},$$

где C – концентрация ионов аммония, найденная по графику, мг/дм³, 50 – объем раствора, приготовленного для фотометрирования, см³, V_{пробы} – объем пробы воды, взятой для анализа или для отгона, см³, V_{отгон} – объем, до которого был разбавлен отгон, см³, V_{аликвоты} – объем аликвоты отгона, взятой для анализа, см³.

Сущность метода. В щелочном растворе аммиак реагирует с тетраиодомеркуратом (II) калия, образуя различные желто-коричневые соединения, выпадающие в осадок или (при малых концентрациях) переходящие в коллоидные растворы. В условиях фотометрического определения реакция в основном проходит по уравнению:



Содержание азота, ртути и иодида в осадке выражается отношением 1:2:3, однако возможно присутствие в осадке и других соединений (OHg_2 , NH_2I и др.). Некоторая неопределенность состава образующегося соединения требует точного соблюдения условий проведения определения, как при анализе пробы, так и при построении калибровочного графика.

Предел обнаружения 0,05 мг/дм³ NH_4^+ . Диапазон измеряемых количеств аммонийных ионов в пробе 0,005э–0,15 мг.

Мешающие вещества

Непосредственному применению метода без предварительной отгонки аммиака мешает такое большое число веществ, что рекомендовать этот метод без отгонки можно лишь для очень немногих сточных вод.

Реактивы и оборудование

Реактивы и оборудование, используемые при отгонке аммиака:

1. Безаммиачная вода.
2. Реактив Несслера.
3. Хлорид аммония, раствор с содержанием ионов аммония 0,05 мг/см³ (свежеприготовленный).
4. Мерные колбы на 50 см³.
5. Мерные пробирки.
6. Пипетка на 5 см³.

Ход определения

Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 50 см³ вносят 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ рабочего стандартного раствора хлорида аммония и доводят каждый раствор до метки безаммиачной водой. Концентрации

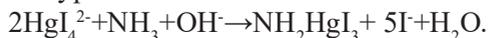
NH_4^+ в полученных растворах равны соответственно: 0,1; 0, см³ 5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг/дм³. Добавляют 20–30 см³ безаммиачной воды, 1 мл реактива Несслера, доводят объем водой до метки, перемешивают. Дают постоять 10 мин для развития окраски и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 2 см при $\lambda = 425$ нм (фиолетовый светофильтр). Раствор-фон готовят в колбе на 50 см³, используя безаммиачную воду и то же количество реактива Несслера.

Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность – концентрация ионов NH_4^+ , мг/дм³.

Определение концентрации ионов аммония

Сущность метода. Фотометрический метод определения массовой концентрации ионов аммония основан на взаимодействии NH_4^+ -ионов с тетраиодомеркуратом калия в щелочной среде $\text{K}_2\text{HgI}_4 + \text{KOH}$ (реактив Несслера) с образованием коричневой, нерастворимой в воде соли основания Миллона $[\text{Hg}_2\text{N}]\cdot\text{H}_2\text{O}$, переходящей в коллоидную форму при малых содержаниях NH_4^+ -ионов. Светопоглощение раствора измеряют при $\lambda = 425$ нм в кюветах с длиной поглощающего слоя 1 или 5 см. Интенсивность окраски прямо пропорциональна концентрации NH_4^+ -ионов в растворе пробы.

В условиях фотометрического определения реакция в основном проходит по уравнению



Содержание азота, ртути и иодида в осадке выражается отношением 1:2:3, однако возможно присутствие в осадке и других соединений ($\text{OHg}_2\text{NH}_2\text{I}$ и др.). Некоторая неопределенность состава образующегося соединения требует точного соблюдения условий проведения определения, как при анализе пробы, так и при построении калибровочного графика.

Предел обнаружения 0,05 мг/дм³ NH_4^+ . Диапазон измеряемых количеств аммонийных ионов в пробе – 0,005–0,15 мг.

Мешающие вещества

Непосредственному применению метода без предварительной отгонки аммиака мешает такое большое число веществ,

что рекомендовать этот метод без отгонки можно лишь для очень немногих сточных вод.

Реактивы и оборудование

Реактивы и оборудование, используемые при отгонке аммиака:

1. Безаммиачная вода.
2. Реактив Нesslerа.
3. Хлорид аммония, раствор с содержанием ионов аммония $0,05 \text{ мг/см}^3$ (свежеприготовленный).
4. Мерные колбы на 50 см^3 .
5. Мерные пробирки.
6. Пипетка на 5 см^3 .

Ход определения

Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 50 см^3 вносят $0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 \text{ см}^3$ рабочего стандартного раствора хлорида аммония и доводят каждый раствор до метки безаммиачной водой. Концентрации NH_4^+ в полученных растворах равны соответственно: $0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 \text{ мг/дм}^3$. Добавляют $20\text{--}30 \text{ см}^3$ безаммиачной воды, 1 мл реактива Нesslerа, доводят объем водой до метки, перемешивают. Дают постоять 10 мин для развития окраски и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 2 см при $\lambda = 425 \text{ нм}$ (фиолетовый светофильтр). Раствор-фон готовят в колбе на 50 см^3 , используя безаммиачную воду и то же количество реактива Нesslerа.

Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность – концентрация ионов NH_4^+ , мг/дм^3 .

Определение концентрации ионов аммония

Если необходим отгон аммиака, проводят его по методике, указанной в предыдущей лабораторной работе. Из мерной колбы, содержащей отогнанный из пробы аммиак в растворе борной кислоты, отбирают аликвотную часть. Оптимальное содержание для колориметрирования составляет около $0,15 \text{ мг NH}_4^+$ в определяемом объеме. Например, берут аликвоту 10 см^3 . Разбавляют отобранную порцию безаммиачной водой, приливают

1 см³ реактива Несслера и доводят объем до 50 см³, дают постоять не меньше 10 минут. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют, как описано выше.

Расчет

Содержание аммонийных ионов (X) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X = \frac{C \times 50 \times V_{\text{отгон}}}{V_{\text{пробы}} \times V_{\text{аликвоты}}},$$

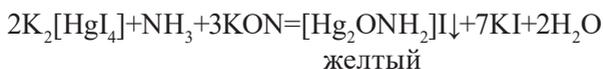
где C – концентрация ионов аммония, найденная по графику, мг/дм³, 50 – объем раствора, приготовленного для фотоколориметрирования, см³, V_{пробы} – объем пробы воды, взятой для анализа или для отгона, см³, V_{отгон} – объем, до которого был разбавлен отгон, см³, V_{аликвоты} – объем аликвоты отгона, взятой для анализа, см³.

ГЛАВА 4. БИОГЕННЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

4.1. Аммоний [1]

Аммоний и его соединения в небольших концентрациях обычно присутствуют в природных водах.

ПДК аммиака и ионов аммония в воде водоемов составляет 2,6 мг/л.



Метод определения

Метод определения массовой концентрации иона аммония основан на реакции иона аммония с реактивом Несслера с образованием окрашенного в щелочной среде $\text{K}_2[\text{HgI}_4] + \text{KON}$ с образованием окрашенного в щелочной среде в желтый цвет соединения. Объем пробы 5 мл, продолжительность анализа не более 5 минут.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка градуированная на 10 мл.
2. Пипетка-капельница вместимостью 1 мл.
3. Пробирка колориметрическая с меткой 5 мл, шпатель.
4. Реактив Несслера. Сегнева соль.
5. Коническая цветовая шкала образцов окраски для определения катиона аммония (0; 0,2; 0,7; 2,0; 3,0 мг/л).
6. Фотоколориметр.

Отбор пробы

Для отбора проб при определении аммония используются бутылки из полимерного материала или стекла. Допускается хранение проб в течение не более 2 суток при условии их концентрации подкислением до pH менее 2 (1 мл концентрированной серной кислоты на 1 л воды) хранения в холодильнике (2–5 °С).

Выполнение определения

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку пробу воды до метки 5 мл (рисунок 4.1).

Добавьте в воду шпателем 0,01 г сегнетовой соли (несколько кристаллов) и туда же пипеткой – 0,25 мл реактива Несслера. Содержимое пробирки перемешайте встряхиванием (рисунок 4.2).

Оставьте смесь на 2 мин для завершения реакции (рисунок 4.3).

Выполните колориметрирование пробы (рисунок 4.4).

При визуально-колориметрическом определении пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации иона аммония в мг/л.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре (рисунок 4.5).

4.2. Нитраты [1]

Нитраты являются солями азотной кислоты и обычно присутствуют в воде.



Рисунок 4.1 – Доведение объема до отметки 5,0 мл

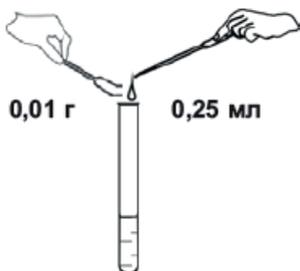


Рисунок 4.2 – Добавление в пробирку сегнетовой соли и туда же пипеткой 0,25 мл реактива Несслера



Рисунок 4.3 – Оставление смеси на 2 мин для завершения реакции

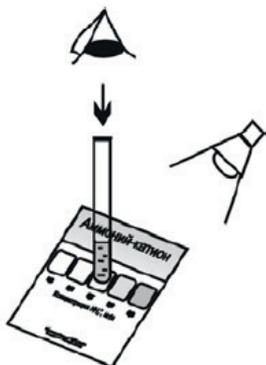


Рисунок 4.4 –
Колориметрирование
пробы



Рисунок 4.5 – Для фотоколориметри-
ческого определения окрашенную
пробу поместить в кювету (10 мм)

ПДК нитратов (по NO_3):

- для питьевой воды и воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения – 45 мг/л;
- для водоемов рыбохозяйственного назначения – 40 мг/дм³ (9,1 мг/л по азоту).

Метод определения нитрат-ионов – визуально-колориметрический.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка-капельница полимерная на 3 мл.
2. Пробирка, градуированная с пробкой (2 шт.)
3. Слянка колориметрическая с меткой 10 мл (2 шт.).
4. Флакон для приготовления реактива на нитрат ионы.
5. Шпатель.
6. Порошок цинкового восстановителя.
7. Раствор α -нафтиламина.
8. Раствор сульфениловой кислоты.
9. Контрольная цветовая шкала образцов проб нитрат-ионов (0–1; 0–5; 0; 5,0–10; 10–20; 20–45 мг/л).

Подготовка к проведению анализа

Подготовка к анализу состоит в приготовлении реактива на нитрат-ионы, имеющего ограниченный срок годности.

Приготовление реактива на нитрат-ионы

С помощью градуированных пробирок отмеряются равные объемы растворов α -нафтиламина и сульфаниловой кислоты и смешиваются во флаконе для приготовления реактива на нитрат-ионы. Реактив готовится в количествах, необходимых для приготовления анализа, и используется в день приготовления.



Растворы α -нафтиламина и сульфаниловой кислоты являются растворами в разбавленной уксусной кислоте. При работе с ними следует соблюдать правила безопасности.

Отбор проб

Для отбора проб при определении нитрат-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте проб.

Допускаются хранение проб в течение не более 1 суток при условии их концентрации подкислением до pH менее 2, хранения в холодильнике при 2–5 °С, либо при консервации добавлением 2–4 мл хлороформа на 1 л пробы.

Примечание: не допускается использовать для подкисления проб азотную кислоту.

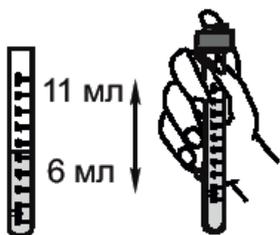


Рисунок 4.6 – В объем 6 мл добавить дистиллированную воду доведя до объема 11 мл

Выполнение анализа

Ополосните градуированную пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку 6 мл анализируемой пробы. Прибавьте дистиллированную воду до объема 11 мл и перемешайте (рисунок 4.6).

4.3. Фотометрическое определение нитратов с салицилатом натрия

Сущность метода. В среде концентрированной серной кислоты нитрат-ионы реагируют с салицилатом натрия, образуя

смесь 3-нитросалициловой и 5-нитросалициловой кислот, соли которых в щелочной среде имеют желтую окраску.

Без разбавления или концентрирования нитрат-ионы можно определить в концентрациях от 0,1 до 20 мг/дм³.

Мешающие вещества

Мешают определению окрашенные органические вещества, тяжелые металлы, железо в концентрации больше 5 мг/дм³. Их можно предварительно удалить обработкой пробы суспензией гидроксида алюминия.

Реактивы и оборудование

1. Салицилат натрия, 0,5 %-ный раствор, всегда свежеприготовленный.
2. Серная кислота концентрированная, плотность 1,84 г/см³, х.ч.
3. Раствор гидроксида натрия и сегнетовой соли растворяют 400 г гидроксида натрия и 60 г сегнетовой соли в дистиллированной воде, охлаждают, разбавляют до 1 дм³.
4. Гидроксид алюминия, суспензия.
5. Нитрат калия, раствор с концентрацией нитрат-иона 0,1 мг/см³ (раствор А).
6. Нитрат калия, раствор с концентрацией нитрат-иона 0,01 мг/см³ (раствор Б), готовится в день анализа разбавлением раствора А в 10 раз).
7. Бюретка.
8. Мерные колбы на 50 см³.
9. Фарфоровые чашки.
10. Водяная баня.
11. Мерные пробирки.
12. Стеклянные палочки.
13. Мерный цилиндр.
14. Мерные пробирки.
15. Коническая колба.
16. Воронка для фильтрования.
17. Фильтровальная бумага.

Ход определения

Построение градуировочного графика

В фарфоровые чашки вносят 0; 1; 5; 10; 15; 20 см³ рабочего стандартного раствора Б с концентрацией нитратов 0,01 мг/см³, что соответствует содержанию нитратов 0–0,01; 0,05–0,1; 0,1–0,15; 0,1–0,2 мг, добавляют по 1 см³ раствора салицилата натрия и выпаривают на водяной бане досуха (не перегревать!). После охлаждения сухой остаток смачивают 1 см³ концентрированной серной кислоты, тщательно растирают его стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем содержимое чашки разбавляют 15 см³ дистиллированной воды, переносят количественно в мерную колбу вместимостью 50 см³, обмывая стенки чашки дистиллированной водой. Приливают 7 см³ раствора гидроксида натрия и сегнетовой соли, доводят дистиллированной водой до метки, и полученный окрашенный раствор фотометрируют при $\lambda = 410$ нм (фиолетовый светофильтр), пользуясь кюветами с толщиной слоя 2 см. Окраска устойчива в течение 10 мин после прибавления раствора гидроксида натрия, в дальнейшем окраска изменяется. В качестве раствора-фона используют холостой (нулевой) раствор, полученный из дистиллированной воды, проведенной через весь анализ. Строят калибровочный график в координатах оптическая плотность–содержание нитратов (мг).

Определение концентрации нитратов в воде

Если анализируемая вода содержит окрашенные органические вещества, отбирают 75 см³ пробы, прибавляют 2 см³ суспензии гидроксида алюминия, тщательно перемешивают, оставляют на несколько минут и фильтруют, отбрасывая первые порции фильтрата. В фарфоровую чашку помещают 10 см³ фильтрата (или первоначальной пробы, если обработку гидроксидом алюминия не проводили), прибавляют 2 см³ раствора салицилата натрия и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают так же, как и при построении градуировочного графика.

Расчет

Содержание нитратов X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где C – содержание нитратов, найденное по калибровочному графику, мг; $V_{\text{пробы}}$ – объем пробы воды, взятой для анализа, см³; 1000 – пересчет на 1 дм³, коэффициент для перехода от см³ к дм³.

4.4. Нитриты [1]

Нитрит-ионы содержат атомы азота в промежуточной степени окисления + 3. Благодаря способности превращаться в нитраты, нитриты, как правило, отсутствуют в поверхностных водах. Нитриты образуются как промежуточные продукты при биологическом разложении азотсодержащих органических соединений, поэтому наличие в анализируемой воде повышенного содержания нитритов свидетельствует о ее загрязнении.

ПДК нитритов (по NO₂) в воде водоемов составляет 3,3 мг/л (или 1 мг/л нитритного азота), лимитирующий показатель вредности – санитарно-токсикологический.

Метод определения

Метод определения – колориметрический.

Определение основано на реакции нитри-иона с реактивом Грисса (смесью сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина). При этом протекают реакции диазотирования, в результате которых образуется азотсоединение, имеющее розово-фиолетовое окрашивание. Окрашенная проба колориметрируется визуально-колориметрически либо фотоколориметрическим методом. Объем пробы составляет 5 мл, продолжительность анализа – не более 20 мин.

Отбор проб

Для отбора проб при определении нитрит-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Выполнение определений предпочтительно производить на месте отбора проб.

Допускается хранение проб в течение не более 1 суток при условии их содержания подкислением до рН менее 2 и охлаждении до 2–5 °С.

Допускается также хранение проб в течение не более 2 суток при условии их консервирования добавлением 2–4 мл хлороформа на 1 л воды и хранения в холодильнике (2–5 °С).

Примечание. Не допускается использование азотной кислоты для приготовления проб.

Оборудование и реактивы

1. Пипетка градуированная на 10 мл.
2. Пробирка с колориметрической меткой 5 мл с пробкой (2 шт.).
3. Реактив Грисса в капсулах по 0,04–0,05 г.
4. Контрольная цветовая шкала образцов окраски.
5. Нитрит-ион (0; 0,02; 0,10; 0,50; 2,0 мг/л.
6. Фотометр с кюветой 10 мл.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку пробу воды до метки 5 мл (рисунок 4.7).

Добавьте в пробирку к пробе содержимое одной капсулы реактива Грисса. Закройте пробирку пробкой и перемешайте раствор в пробирке встряхиванием до растворения кристаллов реактива (рисунок 4.8).



Рисунок 4.7 –
Налить в пробирку
пробу воды
до метки 5 мл

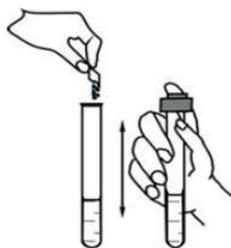


Рисунок 4.8 – Добавле-
ние в пробирку к пробе
содержимое одной кап-
сулы реактива Грисса



Рисунок 4.9 –
Пробирку с раство-
ром оставить
на 20 мин

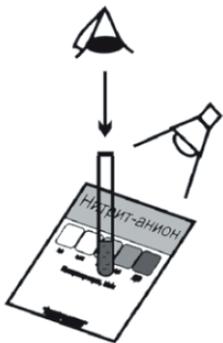


Рисунок 4.10 –
Колориметрирование
пробы



Рисунок 4.11 – Для фотоколориметри-
ческого определения окрашенную пробу
поместить в кювету (10 мм)

Пробирку с раствором оставьте на 20 мин до полного завершения реакции (рисунок 4.9).

Показатели и процедуры анализа

Проведите колориметрирование пробы (рисунок 4.10).

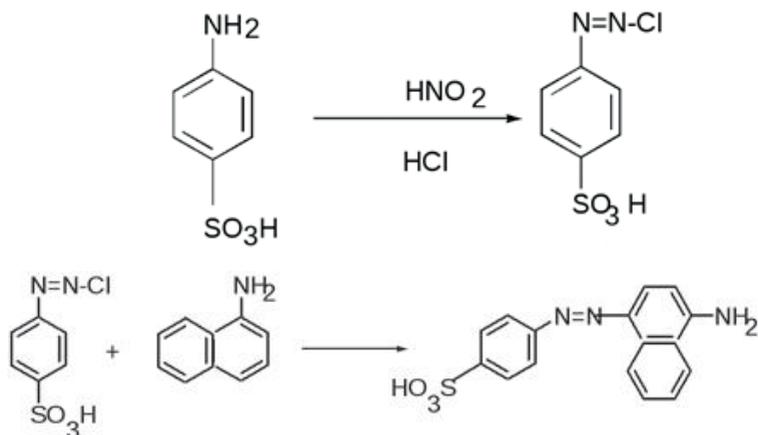
При визуально-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрат-ионов в мг/л.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколоритме (рисунок 4.11).

4.5. Фотоколориметрическое определение нитритов по Гриссу [7]

Сущность метода. Нитриты находят колориметрическим методом с помощью реактива Грисса, который представляет собой смесь сульфаниловой кислоты и α -нафтиламина. Эти вещества между собой без нитритов не взаимодействуют. В кислой

среде нитриты образуют азотистую кислоту, которая реагирует с сульфаниловой кислотой с образованием диазосоединения, которое вступает в реакцию с α -нафтиламином с образованием красителя красного цвета.



Количество образующегося красителя определяется содержанием нитритов в воде.

Без разбавления пробы этим методом можно установить от 0,001 до 0,6 мг нитритов в 1 дм³ воды с точностью 0,002 мг/дм³. При большем содержании нитритов исследуемую воду необходимо разбавлять.

Мешающие вещества

Определению мешают взвешенные вещества, мутность, окраска воды, а также сильные окислители и восстановители. Обычно мутность и цветность удаляют фильтрованием и коагулированием. К 300 см³ пробы прибавляют 0,5 г активированного угля или гидроксида алюминия (0,5 г сухого препарата или 2–4 см³ суспензии) перемешивают, отстаивают 15–20 мин и фильтруют. Влияние окислителей и восстановителей в сильнозагрязненных водах устраняют соответствующим разбавлением пробы дистиллированной водой. Высокая чувствительность метода требует, чтобы дистиллированная вода и все реактивы не были загрязнены нитритами.

Реактивы и оборудование

1. Все реактивы готовятся на дистиллированной воде, не содержащей нитритов.
2. Реактивы для подготовки дистиллированной воды без содержания нитритов:
3. Серная кислота концентрированная.
4. Сульфат марганца, 50 % раствор.
5. Перманганат калия, 0,04 % раствор.
6. Оксалат аммония, 0,09 % раствор.
7. Дистиллированная вода, не содержащая нитритов. К 1 дм³ дистиллированной воды приливают 1 см³ концентрированной серной кислоты, затем добавляют 0,2 см³ 50 %-ного раствора MnSO₄ и 3 см³ 0,04 %-ного раствора KMnO₄. Жидкость должна стать розовой. Через 15 мин ее обесцвечивают, прибавляя по каплям 0,09 %-ный раствор оксалата аммония.
8. Нитрит натрия с концентрацией нитрит-иона 0,1 мг/см³ (раствор А): навеску 0,1497 г NaNO₂ ч.д.а., высушенного при 105 °С, растворяют в дистиллированной воде в колбе на 1 дм³, затем объем колбы доводят водой до метки. Раствор консервируют добавлением 1 см³ хлороформа и сохраняют в холодном месте; он устойчив в течение месяца.
9. Нитрит натрия с концентрацией нитрит-иона 0,01 мг/см³ (раствор Б): 10 см³ раствора А помещают в колбу мерную на 100 см³ и доводят объем колбы до метки дистиллированной водой. Раствор должен быть всегда свежеприготовленным.
10. Уксусная кислота, 12 % раствор: в мерную колбу на 1 дм³ налить 2/3 дистиллированной воды, затем прилить 128 см³ концентрированной уксусной кислоты довести объем колбы водой до метки.
11. Реактив Грисса, 10 % раствор: 10 г реактива Грисса растворить в 90 см³ 12 % раствора уксусной кислоты (или α-нафтиламин, 10 % раствор, сульфаниловая кислота, 10 % раствор, раствор ацетата натрия для получения реактива Грисса в ходе анализа).

12. Пипетки мерные на 10 см³, 2 см³.
13. Мерные колбы на 50 см³.

Ход определения

Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 50 см³ вносят 1; 3; 5; 10; 15; 20; 25 см³ рабочего раствора с концентрацией 0,01 мг/см³ NO₂⁻ и доливают дистиллированную воду примерно до 40–45 см³. Прибавляют по 2 см³ реактива Грисса и доводят объем до метки дистиллированной водой, перемешивают. Концентрации полученных растворов равны: 0,0002; 0,0006; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 мг/см³, соответственно. Через 40 минут на фотоколориметре определяют оптическую плотность при длине волны $\lambda = 510$ нм по отношению к раствору-фону. Оптическую плотность растворов измеряют в кюветках с толщиной слоя 10 мм и строят калибровочный график в координатах оптическая плотность – содержание нитритов, мг/см³.

Определение нитритов в пробе

100 см³ исследуемой воды фильтруют и при необходимости осветляют. В мерную колбу на 50 см³ отбирают аликвоту 25 см³ анализируемой воды, прибавляют 2 см³ реактива Грисса и доводят до метки дистиллированной водой. Окраска раствора появляется через 40 минут и сохраняется неизменной в течение 3 часов. Через 40 минут растворы фотометрируют при длине волны $\lambda = 510$ нм по отношению к раствору-фону.

Расчет

Содержание нитритов (X) в мг/дм³ рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times A \times 1000}{V_{\text{пробы}}},$$

где C – концентрация нитритов, найденная по графику, мг/см³; A – объем раствора, приготовленного для фотометрирования, см³; V_{пробы} – объем воды, взятой для анализа, см³; 1000 – пересчет на 1 дм³, коэффициент для перехода от см³ к дм³.

4.6. Фосфаты и общий фосфор [1]

Существуют разнообразные фосфорноорганические соединения – нуклеиновые кислоты, нуклепротеиды, фосфолипиды и др., которые также могут присутствовать в воде, являясь продуктами жизнедеятельности или разложения организмов. К фосфорорганическим соединениям относятся также некоторые пестициды. Фосфор может содержаться и виде нерастворимых соединений: природных минералов, белковых, органических фосфоросодержащих соединений, остатков умерших организмов и др. Фосфор в твердой фазе в природных водоемах обычно находится в донных отложениях, но может присутствовать в виде взвешенных в воде труднорастворимых фосфатов. Шломативы содержания соединений фосфора в воде приводятся в пересчете на фосфат-ионы (PO_4^{3-}), используется также пересчет непосредственно на фосфор (P).

ПДК фосфат-иона для питьевой воды и воды водоемов хозяйственно-бытового назначения составляет 3,5 мг/л (в пересчете на фосфор 1,1 мг/л), для водоемов рыбохозяйственного назначения – 0,2 мг/л, лимитирующий показатель вредности – органолептический.

Метод определения – колориметрический.

Отбор проб

Для отбора проб при определении нитрит-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. При необходимости проводят фильтрование на месте при отборе проб. Выполнение определений предпочтительно выполнять на месте отбора проб.

Допускается хранение проб в течение не более 3 суток при условии их консервации добавлением 2–4 мл хлороформа на 1 л воды.

Для отбора проб при определении полифосфатов используются бутылки из полимерного материала или стекла.

Допускается хранение проб ортофосфатов и полифосфатов в течение не более 1 суток при условии их консервирования добавлением 2–4 мл хлороформа на 1 л воды и хранения в холодильнике (2–5 °С).

Оборудование и реактивы

1. Мерная склянка с метками 5, 10, 20 мл с пробкой.
2. Пипетка-капельница полимерная на 1 мл (5 шт.) и на 3 мл (3 шт.)
3. Пипетка, градуированная на 10 мл, пробирка градуированная с пробкой для приготовления раствора аскорбиновой кислоты.
4. Пробирка градуированная с пробкой для приготовления смешанного раствора.
5. Вода дистиллированная, кислота аскорбиновая, раствор сурьмяно-виннокислого калия, раствор для связывания нитритов (раствор сульфаминовой кислоты), раствор молибдана аммония, раствор серной кислоты (2,5 моль/л), раствор серной кислоты 34 %-ный.
6. Контрольная цветовая шкала образцов окраски. Ортофосфаты (0; 0,5; 1,0; 3,5; 7,0 мг/л). Фотометр с кюветой 10 мл.

В градуированную пробирку для приготовления раствора аскорбиновой кислоты налейте 10 мл дистиллированной воды, добавьте в воду шпателем 0,2 г аскорбиновой кислоты (1/3 шпателя без горки), закройте крышкой и перемешайте до полного растворения. Срок годности – 1 сутки. Раствор храните в той же пробирке, герметично закрыв ее пробкой (рисунок 4.12).

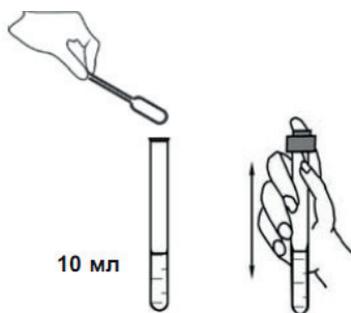


Рисунок 4.12 – В раствор аскорбиновой кислоты налейте 10 мл дистиллированной воды

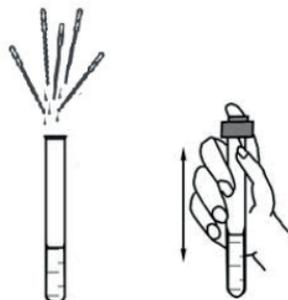


Рисунок 4.13 – Приготовление смешанного реактива

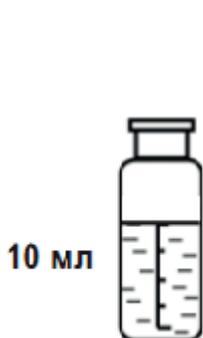


Рисунок 4.14 – Налейте в склянку пробу воды до метки 10 мл

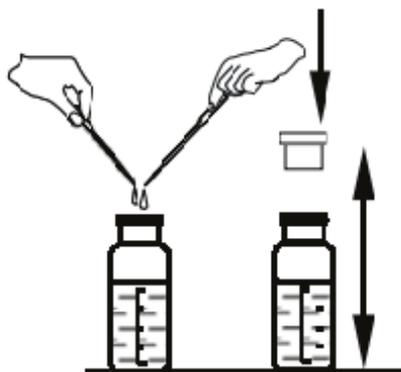


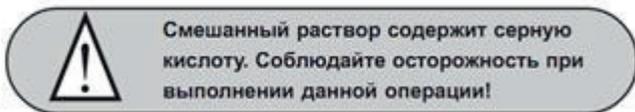
Рисунок 4.15 – Добавление к пробе смешанного реактива

Приготовление смешанного реактива

В градуированную пробирку для приготовления смешанного реактива добавьте с использованием полимерных пипеток: 5,0 мл раствора серной кислоты (2,5 моль/л); 2,0 мл раствора молибдата аммония; 2,0 мл раствора аскорбиновой кислоты; 1,0 мл раствора сурмяно-виннокислого калия; 12 капель (0,4 мл) раствора для связывания нитритов. Содержимое пробирки перемешайте. Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием. Раствор храните в той же пробирке, герметично закрыв ее пробкой (рисунок 4.13).

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки 10 мл (рисунок 4.14).

Добавьте к пробе пипеткой полимерной 1,0 мл смешанного реактива, перемешайте и затем другой пипеткой через 2 мин – 3 капли раствора аскорбиновой кислоты. Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора (рисунок 4.15).



Оставьте пробу на 15 мин для полного протекания реакции (рисунок 4.16).

Проведите колориметрирование пробы (рисунок 4.17).

При визуально-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации фосфат-ионов в мг/л.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколоритме (рисунок 4.18).

4.7. Фотоколориметрическое определение фосфатов [7]

Сущность метода. Метод основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образованием фосфорно-молибденовой гетерополикислоты, которая восстанавливается аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса,



Рисунок 4.16 –
Оставление про-
бы на 15 мин



Рисунок 4.17 –
Колориметрирование
пробы



Рисунок 4.18 –
Для фотоколориме-
трического опреде-
ления окрашенную
пробу поместите
в кювету (10 мм)

окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения соответствует длине волны $\lambda = 690$ нм.

При проведении определения в кюветах с толщиной слоя 5 см методика позволяет определять фосфат-ионы в воде при массовой концентрации от 0,05 до 1 мг/дм³ PO₄³⁻. Если массовая концентрация фосфат-ионов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы таким образом, чтобы концентрация фосфат-ионов соответствовала данному диапазону.

Точность определения фосфатов в этом диапазоне концентраций составляет $\pm 0,01-0,02$ мг /дм³; чувствительность – 0,01 мг/дм³.

Реактивы и оборудование

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Колбы мерные объемом 50, 100, 500, 1000 см³.
3. Фильтры беззольные «синяя лента».
4. Воронки лабораторные стеклянные.
5. Бюретки объемом 25 см³.
6. Стаканы объемом 100 или 200 см³.
7. Пипетки мерные 1 см³, 5 см³.
8. Стандартный раствор с концентрацией фосфат-иона 0,1 мг/см³ (раствор А): 0,1432 г КН₂РО₄ помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 1000 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.
9. Стандартный раствор с содержанием фосфат-ионов 1 мкг/см³ (раствор Б): 1 см³ раствора А с концентрацией фосфат-иона 0,1 мг/см³ помещают в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Рабочий стандартный раствор готовят в день употребления.

Раствор молибдата аммония

3 г молибдата аммония помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. В случае появления мути раствор следует отфильтровать. Раствор хранят в полиэтиленовой бутылки.

Раствор аскорбиновой кислоты

16 г аскорбиновой кислоты помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор хранят в холодильнике в течение 3-х недель.

Раствор антимонилартрата калия

0,34 г антимонилартрата калия помещают в стакан, растворяют в небольшом количестве дистиллированной воды, переносят в мерную колбу на 500 см³ и доводят до метки дистиллированной водой.

Раствор серной кислоты

В мерную колбу на 500 см³ наливают 240 см³ дистиллированной воды и осторожно приливают 70 см³ концентрированной серной кислоты. После охлаждения раствор доводят до метки дистиллированной водой.

Смешанный реактив

Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием, предварительно определив необходимый объем данного реактива на день работы. В колбе с притертой пробкой смешивают 50 см³ раствора серной кислоты, 20 см³ раствора молибдата аммония, 20 см³ раствора аскорбиновой кислоты и 10 см³ раствора антимонилартрата калия.

Мешающие вещества

Мешающее влияние сульфидов, сероводорода, хроматов, арсенатов, нитритов и железа при их высоком присутствии в пробе сточных вод устраняют специальной подготовкой к анализу.

Ход определения

Построение градуировочного графика

В мерные колбы на 100 см³ из бюретки наливают 0 (нулевой раствор), 2, 5, 10, 15, 20 см³ раствора Б с содержанием фосфат-ионов 1 мкг/см³. Концентрация фосфат-иона в приготовленных растворах будет: 0; 0,04; 0,1; 0,2; 0,3; 0,4 мг/дм³, соответственно. Добавляют из другой бюретки определенный объем дистил-

лированной воды, чтобы суммарный объем жидкости составил 50 см³. Прибавляют 5,0 см³ смешанного реактива и через 30 секунд – 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Смесь перемешивают (до метки дистиллированную воду не добавляют!). Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора по отношению к нулевому раствору при длине волны 690 нм, кювета 5 см.

Строят градуировочный график в координатах оптическая плотность – концентрация фосфат-иона, мг/дм³.

Определение содержания фосфатов в пробе

В мерную колбу на 100 см³ наливают 50 см³ пробы, отфильтрованной через плотный бумажный фильтр (синяя лента), прибавляют 5,0 см³ смешанного реактива и через 30 секунд – 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Смесь перемешивают (до метки дистиллированную воду не добавляют!). Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора по отношению к нулевому раствору при длине волны 690 нм, кювета 5 см.

Если содержание фосфат-ионов велико, то пробу воды уменьшают, добавляют к ней определенный объем дистиллированной воды так, чтобы суммарный объем жидкости составил 50 см³, и далее проводят анализ, как описано выше.

Расчет

Содержание фосфат-ионов X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \times 50}{V_{\text{пробы}}},$$

где C – концентрация фосфат-ионов, найденная по графику, мг/дм³; 50 – объем, до которого была разбавлена проба, см³; $V_{\text{пробы}}$ – объем воды, взятый для анализа, см³.

4.8. Железо [1]

Железо образует два рода растворимых солей, образующих ионы Fe²⁺ и Fe³⁺, однако в растворе железо может находиться и во многих других формах, в частности:

1. В виде истинных растворов, содержащих железо (II), в воздухе железо (II) окисляется до железа (III), растворы которого дают бурую окраску из-за быстрого образования гидроксоединений.
2. В виде коллоидных растворов из-за пептизации (распада агрегированных частиц) гидроксида железа под воздействием органических соединений.
3. В виде комплексных соединений с органическими и неорганическими лигандами. К ним относятся: карбониды, ареновые комплексы (с нефтепродуктами и др. углеводами), гексацианоферраты $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ и др.
ПДК общего железа в воде составляет для водоемов хозяйственно-бытового назначения – 0,05 мг/л.

Метод определения

Метод определения железа общего – колориметрический.

Оборудование и реактивы

1. Бумага индикаторная универсальная, мерная склянка с меткой 10 мл с пробкой
2. Пипетка, градуированная на 10 мл, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (5 шт.) .
3. Вода дистиллированная, раствор орто-фенатролина, раствор буферный ацетатный (рН = 4,5), раствор гидроксида натрия (10 %), раствор соляной кислоты (1:10), раствор солянокислого гидроксиламина.

Отбор проб

Для отбора проб при определении общего железа используются бутылки из полимерного материала или боросиликатного стекла. Данный показатель рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых показателей. Допускается хранение проб в течение не более 2 суток при условии их консервации подкислением до рН не менее 2 (20 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л воды) и хранения в холодильнике (2–5 °С).

Выполнение определения

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки 10 мл. Используя

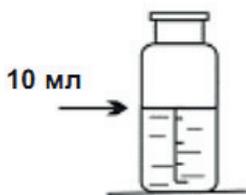


Рисунок 4.19 – Наполнение склянки пробой воды до метки 10 мл

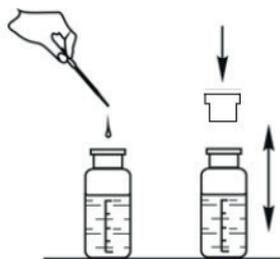


Рисунок 4.20 – Добавление в ту же склянку пипеткой-капельницей 4–5 капель раствора солянокислого гидроксилamina

универсальную индикаторную бумагу и пипетку-капельницу, а также, в зависимости от pH среды, растворы гидроксида натрия либо соляной кислоты доведите pH пробы до pH 4–5 (рисунок 4.19).

Добавьте в ту же склянку пипеткой-капельницей 4–5 капель раствора солянокислого гидроксилamina (около 0...2 мл). Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора (рисунок 4.20).

Добавьте разными пипетками поочередно 1,0 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 раствора ортофенантролина. После каждого прибавления склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора (рисунок 4.21).

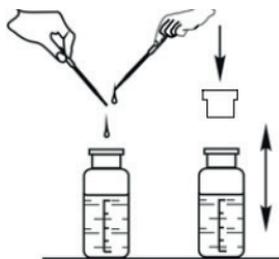


Рисунок 4.21 – Добавление разными пипетками поочередно 1,0 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 раствора ортофенантролина



Рисунок 4.22 – Раствор в склянке оставить на 20 мин

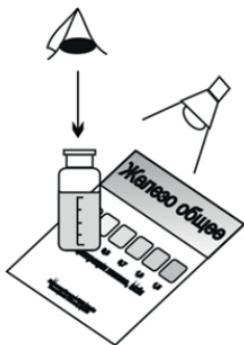


Рисунок 4.23 – Колориметрирование пробы



Рисунок 4.24 – Для фотоколориметрического определения окрашенную пробу помещают в кювету (10 мм)

Раствор в склянке оставьте на 20 мин для полного развития окраски (рисунок 4.22).

Проведите колориметрирование пробы (рисунок 4.23).

При визуально-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации железа общего в мг/л.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколоритме (рисунок 4.24).

4.9. Фотометрическое определение железа (III) с сульфосалициловой кислотой [7]

Сущность метода. Железо (III) с сульфосалициловой (2-гидрокси-5-сульфобензойной) кислотой образует различные по составу комплексы в зависимости от кислотности раствора. В кислой среде в интервале рН 1,8–2,5 образуется комплексный катион моносульфосалицилата железа красно-фиолетового цвета ($\lambda_{\text{макс}} = 510 \text{ нм}$), при рН 4,0–8,0 доминирует комплексный анион дисульфосалицилата железа, а в интервале рН 8,0–11,5

образуется трисульфосалицилат железа желтого цвета ($\lambda_{\text{макс}} = 416 \text{ нм}$). Сульфосалицилатные комплексы железа используют для дифференцированного определения железа (III) и железа (II) при их совместном присутствии. Железо (III) определяют в кислой среде в виде моносульфосалицилатного комплекса, а в щелочной среде в виде трисульфосалицилата определяют суммарное содержание железа (III) и железа (II).

Реактивы и оборудование

1. Фотоколориметр.
2. Раствор соли железа, содержащий $0,06 \text{ мг Fe}^{3+}$ в 1 см^3 : навеску $0,5164 \text{ г}$ х.ч. невыветренных квасцов $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ растворяют в воде, подкисляют 10 см^3 серной кислоты (1:1) и доводят объем дистиллированной водой до 1 дм^3 .
3. Сульфосалициловая кислота, 10% -ный раствор.
4. Аммиак, 10% раствор.
5. Пипетки на 5 и 10 см^3 .
6. Мерные колбы на 50 и 100 см^3 .

Ход определения

Построение градуировочного графика

Для приготовления стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 100 см^3 вносят $1, 2, 3, 4$ и 5 см^3 стандартного раствора соли железа с концентрацией $0,06 \text{ мг/см}^3$, что соответствует: $0,6; 1,2; 1,8; 2,4; 3,0 \text{ мкг}$ железа, добавляют по 10 см^3 раствора сульфосалициловой кислоты, по 10 см^3 раствора аммиака, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. Через 5 минут измеряют на фотоколориметре или спектрофотометре оптическую плотность приготовленных стандартных растворов при 416 нм (фиолетовый или синий светофильтр) относительно раствора холостой пробы, содержащей все добавляемые реактивы, кроме железа; кювета $2\text{--}3\text{--}5 \text{ см}$. Строят линейный градуировочный график в координатах оптическая плотность – масса железа, мкг.

Анализ пробы

В мерную колбу на 100 см^3 наливают 50 см^3 исследуемой воды, добавляют 10 см^3 10% раствора сульфосалициловой

кислоты, перемешивают и затем добавляют 10 см³ 10 % раствора аммиака. Реакция среды должна быть слабощелочной, что необходимо проверить с помощью индикаторной бумаги. Доводят объем дистиллированной водой до метки, перемешивают и через 5 минут фотометрируют при 416 нм относительно раствора холостой пробы.

Расчет

Содержание общего железа (X) в пробе в мг/дм³ вычисляют по формуле:

$$X = \frac{m}{V_{\text{пробы}}},$$

где m – масса железа, найденная по градуировочному графику, мкг.

4.10. Определение содержание железа в водопроводной воде [11]

Цель работы: построить градуированный график и определить содержание общего железа фотометрическим методом.

Сущность метода: метод основан на образовании окрашенного комплексного соединения сульфосалициловой кислоты с солями железа и измерении интенсивности светового потока, прошедшего через окрашенный раствор.

Реактивы и посуда

1. Соляная кислота 1:1.
2. Хлористый аммоний 10 % раствор.
3. Сульфосалициловая кислота 10 % раствор.
4. Аммиак 10 %-ный раствор (200 мл аммиака + 300 мл воды).
5. Стандартный раствор железа (0,8634 г железоаммонийных квасцов растворяют в дистиллированной воде, прибавляют к раствору 10 мл серной кислоты конц. и разбавляют водой до 1 л в мерной колбе. В 1 мл рабочего стандартного раствора содержится 0,01 мг железа, серная кислота конц., плотность 1,84).
6. Пипетки на 10 мл.

7. Мерные колбы на 100 мл.
8. Цилиндр.
9. КФК, кюветы на 30 мл.

Ход определения

Анализируемую пробу энергично взбалтывают, операция фильтрования исключается. Если проба окрашена или содержит значительное количество органических веществ, их мешающее влияние устраняют в результате минерализации. Для этого в термостойкий стакан на 200 мл помещают объем воды, содержащий от 0,01 до 0,1 мг железа, добавляют 2 мл конц., серной кислоты и выпаривают жидкость на электроплитке до выделения густых белых паров серного ангидрида. Не прекращая нагрева, вводят в стакан 2–3 капли конц. азотной кислоты, после чего окрашенная жидкость становится бесцветной и прозрачной.

Обработанную пробу переносят в мерную колбу на 100 мл, приливают 10 мл хлористого аммония, перемешивают и прибавляют по каплям раствор аммиака до перехода красного окрашивания в желтое. После чего приливают избыток раствора аммиака (5 мл), охлаждают, доводят до метки.

Измеряют оптическую плотность полученного раствора через 10 минут после добавления аммиака, при длине волны 440 нм по отношению к холостому раствору.

Построение калибровочного графика

Для построения калибровочного графика в мерные колбы помещают пипеткой 0,1; 0,2; 0,3; 0,5; 0,6; 0,8; 1,0 мл стандартного раствора железа, приливают 10 мл воды и продолжают как при анализе пробы. Строят градуированный график.

Расчет

Концентрацию железа C мг/л определяют по формуле:

$$C = \frac{C \times 1000}{V},$$

где C – содержание железа, найденное по калибровочному графику, мг; V – объем пробы, взятой на анализ, мл.

Таким образом, рассчитав концентрацию общего железа по формуле и сравнив его со значением ПДК, можно сделать

вывод, что количество общего железа в воде не превышает ПДК, а если это значение выше предусмотренное ГОСТом, то такую воду необходимо обязательно обезжелезить.

4.11. Измерение массовой концентрации железа фотометрическим методом

Железо относится к веществам 3-го класса опасности. Предельно допустимые концентрации общего железа в воде хозяйственно-бытового водопользования составляет $0,3 \text{ мг/дм}^3$, в воде водоемов рыбохозяйственного водопользования – $0,1 \text{ мг/дм}^3$, $0,05 \text{ мг/дм}^3$ – для морских водоемов.

Соединения железа Fe (II) обладают некоторым общим токсическим действием, при этом хлориды токсичнее сульфидов. Соединения Fe (III) менее ядовиты, но действуют прижигающе на пищеварительный тракт и вызывают рвоту. Реальную опасность острого отравления для человека при приеме внутрь представляет железо, поступающее в организм в составе лекарственных препаратов, и сульфат Fe (II). В интоксикации хлоридом и сульфатом Fe (III) на первый план выступают расстройства на уровне микроциркуляции: нарушение насосной деятельности сердца. Токсичность соединений железа в воде зависит от pH. В щелочной среде токсичность возрастает.

Подпороговые концентрации в воде водоемов, определяющиеся по органолептическим показателям: сульфат и нитрат Fe (III), гидроксид Fe (II) – $0,5 \text{ мг/дм}^3$; хлорид Fe (III) – $0,9 \text{ мг/дм}^3$. Подпороговая концентрация, не влияющая на санитарный режим водоема, для $\text{Fe}(\text{OH})_2$ – $0,5 \text{ мг/дм}^3$, для $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$ – $1,25 \text{ мг/дм}^3$. Максимальная концентрация, которая при постоянном воздействии в течение сколь угодно длительного времени не вызывает нарушений биохимических процессов, для $\text{Fe}(\text{OH})_2$ – $2,6 \text{ мг/дм}^3$, для FeCl_3 – 5 мг/дм^3 .

Принцип фотометрического метода определения массовой концентрации железа основан на взаимодействии ионов Fe (2+) с о-фенантролином с образованием красного комплекса с максимумом поглощения при длине волны, равной 510 нм.

Восстановление Fe (3+) до Fe (2+) проводят гидроксиламином. Окраска комплекса не зависит от pH в пределах от 3 до 9, и устойчива длительное время.

Средства измерений, вспомогательное оборудование и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр типа «эксперт 003» от 375 до 940 нм (16 длин волн).
 2. Плитка электрическая.
 3. Колбы мерные.
 4. Пипетки мерные.
 5. Стаканы мерные.
 6. Аммоний уксуснокислый.
 7. Гидроксиламин солянокислый.
 8. Кислота уксусная.
 9. Кислота серная.
 10. о-фенантролин.
 11. Вода дистиллированная.
- Материал: питьевые, природные, сточные воды.

Ход работы

1. Отбирают 50 мл отфильтрованной пробы воды в мерную колбу.
2. К отобранной пробе приливают 1 мл 10 %-ного гидроксиламина.
3. На электрической плитке выпаривают половину от объема полученного раствора.
4. Переносят раствор в мерный стакан объемом 50 мл.
5. К раствору приливают 10 мл азотаммонийного буфера.
6. К полученному раствору добавляют 2 мл о-фенантролина.
7. Доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают.
8. Через 5 мин измеряют оптическую плотность на «эксперт 003» от 375 до 940 нм (16 длин волн).
9. Определяют концентрацию железа по градуировочному графику.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение 1

Общие требования к составу и свойствам воды водных объектов [7]

Показатели	Воды хозяйственно-питьевые	Воды культурно-бытовые	Воды, используемые для рыбохозяйственных целей	
			Высшая и I категория	II категория
Взвешенные вещества	По сравнению с природными условиями содержание взвешенных веществ не должно увеличиваться в контрольном створе при сбросе сточных вод больше чем на			
	0,25 мг/ дм ³	0,75 мг/ дм ³	0,25 мг/ дм ³	0,75 мг/ дм ³
Плавающие примеси	На поверхности воды не должно быть пленок нефтепродуктов, масел и скоплений других примесей			
Запахи и вкусы	Вода не должна приобретать запахи интенсивностью более 1 балла		Вода не должна приобретать окраски и посторонних запахов и привкусов и сообщать их рыбе	
Окраска	Не должна обнаруживаться в столбике воды			
	20 см	10 см		
Водородный показатель рН	Не должен выходить за пределы 6,5–8,5			
Растворенный кислород	Не менее 4 мг/ дм ³ в любой период года в пробе, отобранной до 12 ч дня		В летний период не менее 6 мг/ дм ³ , в зимний (подледный) не должен быть ниже	
			6 мг/ дм ³	4 мг/ дм ³

Показатели	Воды хозяйственно-питьевые	Воды культурно-бытовые	Воды, используемые для рыбохозяйственных целей	
			Высшая и I категория	II категория
Биохимическое потребление кислорода (БПКполн)	При 20 °С не должно превышать		При 20 °С не должно превышать 3 мг/ дм ³	
	3 мг/ дм ³	6 мг/ дм ³		
Химическое потребление кислорода (ХПК) (дихроматная окисляемость)	Не должно превышать		-	
	15 мг/ дм ³	30 мг/ дм ³		

Приложение 2

Предельно допустимые концентрации некоторых вредных веществ в водных объектах рыбохозяйственного назначения, мг/дм³ [7]

Наименование ингредиента	Класс опасности	ЛПВ	ПДК
Алюминий	4	Токсикол.*	0,04
Анилин	2	Токсикол.	0,0001
Аммиак	4	Токсикол.	0,05
Бензол	4	Токсикол.	0,5
Бериллий	2	Токсикол.	0,0003
Вольфрам	3	Токсикол.	0,0008
ДДТ	1	Токсикол.	Не допускается
Железо	4	Токсикол.	0,1
Кадмий	2	Токсикол.	0,005
Кобальт	3	Токсикол.	0,01
Марганец	4	Сан.-токс. **	0,01
Медь	3	Токсикол.	0,001
Молибден	2	Токсикол.	0,0012
Мышьяк	3	Токсикол.	0,05
Нефтепродукты	3	Токсикол.	0,05
Нитраты	–	Сан.-токсикол.	40
Нитриты	–	Токсикол.	0,08
Нефть	3	Рыбохозяйст.***	0,05
Никель	3	Токсикол.	0,01
Ртуть	1	Токсикол.	Не допускается
Свинец	2	Токсикол.	0,006
Стронций	3	Токсикол.	10
Титан	4	Токсикол.	0,06
Фенол	3	Рыбохозяйст.	0,001

Наименование ингредиента	Класс опасности	ЛПВ	ПДК
Формальдегид	4	Токсикол..	0,25
Фосфаты	4э	Общесанитарный	0,051)**** ; 0,152); 0,23)
Фтор	3	Токсикол.	0,05
Хлориды	4э	Сан.-токсикол.	300
Хлороформ	1	Токсикол.	0,005
Хром (+6)	3	Токсикол.	0,02
Цинк	3	Токсикол.	0,01
<p>*Токсикол. – токсикологический; **Сан.-токсикол. – санитарно-токсикологический; *** Рыбохозяйст. – рыбохозяйственный; **** 1) олиготрофный водоем; 2) мезотрофный водоем; 3) эвтрофный водоем.</p>			

Приложение 3

Гигиенические нормативы содержания вредных веществ в питьевой воде централизованного водоснабжения [7]

Показатели	Единицы измерения	ПДК	ЛПВ	Класс опасности
Обобщенные показатели				
Водородный показатель	единицы рН	в пределах 6–9		
Общая минерализация	мг/дм ³	1000 (1500) ₂₎		
Жесткость общая	ммоль-экв/ дм ³	7,0 (10) ₂₎		
Окисляемость перманганатная	мг/ дм ³	5,0		
Нефтепродукты, суммарно	мг/ дм ³	0,1		
Анионоактивные ПАВ	мг/ дм ³	0,5		
Фенольный индекс	мг/ дм ³	0,25		
Неорганические и органические вещества				
Алюминий (Al ³⁺)	мг/ дм ³	0,5	с.–т.*	2
Барий (Ba ²⁺)	мг/ дм ³	0,1	с.–т.	2
Бериллий (Be ²⁺)	мг/ дм ³	0,0002	с.–т.	1
Железо (Fe, суммарно)	мг/ дм ³	0,3 (1,0) ₂₎ *	орг.**	3
Кадмий (Cd, суммарно)	мг/ дм ³	0,001	с.–т.	2
Марганец (Mn, суммарно)	мг/ дм ³	0,1 (0,5) ₂₎	орг.	3
Медь (Cu, суммарно)	мг/ дм ³	1,0	орг.	3
Мышьяк (As, суммарно)	мг/ дм ³	0,05	с.–т.	2
Никель (Ni, суммарно)	мг/ дм ³	0,1	с.–т.	3

Показатели	Единицы измерения	ПДК	ЛПВ	Класс опасности
Нитраты (по NO ₃ ⁻)	мг/ дм ³	45	орг.	3
Ртуть (Hg, суммарно)	мг/ дм ³	0,0005	с.-т.	1
Свинец (Pb, суммарно)	мг/ дм ³	0,03	с.-т.	2
Стронций (Sr ²⁺)	мг/ дм ³	7,0	с.-т.	2
Сульфаты (SO ₄ ²⁻)	мг/ дм ³	500	орг.	4
Фториды (F ⁻) для климатических районов 1 и 2	мг/ дм ³	1,5	с.-т.	2
Хлориды (Cl ⁻)	мг/ дм ³	350	орг.	4
Хром (Cr ⁶⁺)	мг/ дм ³	0,05	с.-т.	3
Цианиды (CN ⁻)	мг/ дм ³	0,035	с.-т.	2
Цинк (Zn ²⁺)	мг/ дм ³	5,0	орг.	3
γ-ГХЦГ (линдан)	мг/ дм ³	0,002 ₃₎	с.-т.	1
ДДТ (сумма изомеров)	мг/ дм ³	0,002 ₃₎	с.-т.	2
2,4-Д	мг/ дм ³	0,03 ₃₎	с.-т.	2
* «с.-т.» – санитарно-токсикологический, **«орг.» – органолептический				
<i>Примечание:</i> 2) может быть установлена по постановлению главного государственного врача по соответствующей территории на основании санэпидобстановки; 3) норматив принят в соответствии с рекомендациями ВОЗ.				

Приложение 4

ПДК вредных химических веществ, поступающих и образующихся в воде в процессе ее обработки в системе водоснабжения [7]

Показатели	ПДК, мг/дм ³	ЛПВ*	Класс опасности
Хлор остаточный свободный*	0,3–0,5	Органолептический	3
Хлор остаточный связанный**	0,8–1,2	Органолептический	3
Хлороформ (при хлорировании воды)	0,2	Санитарно-токсикологический	2
Озон остаточный	0,3	Органолептический	
Формальдегид (при озонировании воды)	0,05	Санитарно-токсикологический	2
Полиакриламид	2,0	Санитарно-токсикологический	2
Активированная кремнекислота (по Si)	10	Санитарно-токсикологический	2
Полифосфаты (по PO ₄ ³⁻)	3,5	Органолептический	3
Остаточные количества алюминийсодержащих коагулянтов (по алюминию)	0,5	Санитарно-токсикологический	2
Остаточные количества железосодержащих коагулянтов (по железу суммарному)	0,3 (1,0)**	Органолептический	3

* при обеззараживании воды свободным хлором время его контакта с водой должно составлять не менее 30 минут, **связанным хлором – не менее 60 минут.

Контроль за содержанием остаточного хлора производится перед подачей воды в распределительную сеть.

При одновременном присутствии в воде свободного и связанного хлора их общая концентрация не должна превышать 1,2 мг/дм³.

В отдельных случаях по согласованию с центром госсанэпиднадзора может быть допущена повышенная концентрация хлора в питьевой воде.

** Норматив принят в соответствии с рекомендациями ВОЗ.

Приложение 5

Требования к качественному составу сточных вод, используемых для орошения различных почв [7]

Агромелиоративный показатель, ед. измерения	Почвы					
	дерново-подзолистые	дерново-подзолистые глеевые	торфяно-глеевые (осушенные)	серые лесные	черноземы	сильно засоленные и солонцы
Сухой остаток, г/дм ³	< 4,5	< 4,0	< 3,5	< 3,5	< 2,5	< 0,6
Минеральные вещества, г/дм ³	< 3,0	< 2,5	< 2,0	< 2,5	< 1,5	< 0,3
Реакция среды (рН)	6,0 - 8,5	5,5–8,5	5–7,5	5,5–8,5	5,5–7,5	5,0–7,0
Натрий, мг/дм ³	< 500	< 400	< 400	< 450	< 300	< 50
Кальций, мг/дм ³	< 750	< 700	< 600	< 650	< 500	< 200
Калий, мг/дм ³	< 150	< 150	< 150	< 125	< 100	< 100
Хлориды, мг/дм ³	< 500	< 450	< 400	< 400	< 350	< 150
Сульфаты, мг/дм ³	< 550	< 500	< 450	< 500	< 400	< 150
Общая щелочность, мг/дм ³	< 1750	< 1700	< 1600	< 1650	< 1300	< 500
Азот общий, мг/дм ³	< 250	< 200	< 200	< 200	< 150	< 150

Агромелиоративный показатель, ед. измерения	Почвы					
	дерново-подзолистые	дерново-подзолистые глеевые	торфяно-глеевые (осушенные)	серые лесные	черноземы	сильно засоленные и солонцы
Азот аммонийный, мг/дм ³	< 150	< 150	< 100	< 150	< 100	< 100
Фосфор (P ₂ O ₅), мг/дм ³	< 100	< 100	< 75	< 75	< 75	< 75
Дихроматная окисляемость, мг O ₂ /дм ³	< 2000	< 1750	< 1500	< 1800	< 1500	< 1100
БПК, мг O ₂ /дм ³	< 1600	< 1250	< 1200	< 1300	< 1250	< 550
Специфические вещества органического происхождения, мг/дм ³	< 250	< 200	< 100	< 200	< 300	< 150
Взвешенный остаток, мг/дм ³	< 3000	< 3000	< 3000	< 3000	< 3000	< 3000
Соотношение Na:Ca, ммоль·экв/дм ³	< 3:1	< 3:1	< 2,5:1	< 3:1	< 2:1	< 0,5

Приложение 6

ПДК минеральных примесей в воде, предназначенной для поения скота [7]

Видовые и возрастные группы животных	Сухой остаток, мг/дм ³	Хлориды, мг/дм ³	Сульфаты, мг/дм ³	Общая жесткость, ммоль-экв/дм ³
Крупный рогатый скот: взрослый молодняк	2400 1800	600 400	800 600	18 14
	Свиньи: взрослые молодняк	1200 1000	400 350	600 500
Овцы: взрослые молодняк		5000 3000	2000 1500	2400 1700
	Лошади: взрослые молодняк	1000 1000	400 350	500 500

Приложение 7

Свойства воды и некоторые содержащиеся в ней компоненты: сроки их определения и возможность консервации [7]

Компонент, свойство	Указания о консервации, сроки определения после отбора проб
1	2
Агрессивная углекислота	Нельзя консервировать. Проба с мрамором, отбор пробы в бутылку, содержащую карбонат кальция
Алюминий	Пробы отбирают в бутылки, промытые кислотой: а) определение проводят по возможности не позже чем через 2 ч; б) прибавляют 5 см ³ HCl на 1 дм ³ пробы
Аммиак и ионы аммония	а) определение проводят сразу же; б) пробу хранят при 3–4 °С; в) прибавляют 1 см ³ H ₂ SO ₄ на 1 дм ³ пробы; г) прибавляют 2–4 см ³ CHCl ₃ на 1 дм ³ пробы
Анионактивные синтетические моющие вещества	Прибавляют 2–4 см ³ CHCl ₃ на 1 дм ³ пробы
БПК	Нельзя консервировать. Пробу хранят при 3–4 °С, обрабатывают не позже чем через 24 ч
Взвешенные вещества	Пробы не консервируют: определение следует проводить не позже чем через 1 сутки
Вкус	Пробы нельзя консервировать и отбирать в полиэтиленовые бутылки, определение надо проводить не позже чем через 2 ч
Гуминовые вещества	Пробы нельзя консервировать, их следует обрабатывать не позже чем через 3 суток

Компонент, свойство	Указания о консервации, сроки определения после отбора проб
1	2
Железо	Общее содержание железа: прибавляют 25 см ³ HNO ₃ на 1 дм ³ пробы. Различные формы железа: прибавляют 25 см ³ раствора ацетата натрия (68 г CH ₃ COONa·3H ₂ O в 500 см ³ H ₂ O) и 25 см ³ раствора уксусной кислоты [166,7 мл ледяной CH ₃ COOH в 500 см ³ H ₂ O] на 1 дм ³ пробы. При взятии пробы следует избегать соприкосновения воды с воздухом
Жесткость	Пробы не консервируют
Запах	Пробы нельзя консервировать: определение проводят не позже чем через 2 ч, в крайнем случае, не позже конца дня отбора, некоторые запахи следует устанавливать на месте
Кадмий	Пробы собирают в чистые стеклянные или полиэтиленовые бутылки и прибавляют 5 см ³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм ³ пробы
Кислород	Пробы нельзя консервировать: их собирают в «кислородные склянки», при этом лучше использовать специальную насадку. К пробе сразу прибавляют соответствующие реактивы
Кислотность	а) определение проводят сразу на месте; б) отбор пробы проводят с помощью насадки, сосуд заполняют водой доверху, чтобы не осталось пузырьков воздуха; при транспортировке предохраняют пробу от нагревания и определение проводят не позже чем через 1 сутки

Компонент, свойство	Указания о консервации, сроки определения после отбора проб
1	2
Марганец	Пробы обычно не консервируют: а) определение проводят сразу после взятия пробы; б) прибавляют 5 см ³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм ³ пробы
Медь	а) прибавляют 5 см ³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм ³ пробы; б) прибавляют 5–10 см ³ соляной кислоты (1:1) на 1 дм ³ пробы
Мутность	а) определение проводят в тот же день или сохраняют пробу в темном месте и проводят определение не позже чем через 1 сутки; б) прибавляют 2–4 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы, перед анализом взбалтывают
Никель	а) пробы не консервируют; б) прибавляют 5 см ³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм ³ пробы, нельзя консервировать при наличии цианидов
Нитраты	а) определение проводят в день взятия пробы; б) прибавляют 1 см ³ концентрированной серной кислоты на 1 дм ³ пробы; в) пробу хранят при 3–4 °С; г) прибавляют 2–4 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы
Нитриты	а) определение проводят сразу после отбора пробы; б) прибавляют 1 см ³ концентрированной серной кислоты на 1 дм ³ пробы; в) пробу хранят при 3–4 °С; г) прибавляют 2–4 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы

Компонент, свойство	Указания о консервации, сроки определения после отбора проб
1	2
Окисляемость перманганатная	а) прибавляют 2 см ³ серной кислоты (1:2) на 100 см ³ пробы, при определении надо учитывать количество прибавленной кислоты; б) пробу хранят при 3–4 °С и определение проводят не позже чем через 1 сутки
Окисляемость дихроматная (ХПК)	а) прибавляют 1 см ³ концентрированной серной кислоты на 1 дм ³ пробы; б) пробу хранят при 3–4 °С и определение проводят не позже чем через 1 сутки
Свинец	а) прибавляют 3 см ³ концентрированной азотной кислоты на 1 дм ³ пробы; б) прибавляют 2 см ³ СН ₃ СООН (в пересчете на 100 %-ную) на 1 дм ³ пробы
Сульфаты	Пробы обычно не консервируют: а) прибавляют 2–4 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы; б) пробу хранят при 3–4 °С
Температура	Измерения проводят сразу
Удельная электропроводность	Измерение проводят сразу
Фосфаты	а) определение проводят как можно раньше после отбора; б) прибавляют 2–4 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы и определение проводят в то же день
Фториды	Пробы отбирают в полиэтиленовые бутылки
Хлориды	Пробы обычно не консервируют
Цветность	Учитывая возможность биохимических процессов, сразу после отбора вводят по 2 см ³ СНСl ₃ на 1 дм ³ пробы

Приложение 8

Способы консервации, особенности отбора и хранения проб
[12]

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
1	2	3	4
1. Активный хлор	Не консервируют	Несколько минут	-
2. Аммиак и ионы аммония	Не консервируют	2 часа	-
	2–4 мл хлороформа или 1 мл концентрированной серной кислоты	1–2 суток	
3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)	Не консервируют	2 часа	Отбирать только в стеклянные бутылки
	Не консервируют	1 сутки	Хранить при 4 °С
4. Взвешенные вещества	Не консервируют	4 часа	Перед анализом взболтать
5. Вкус и привкус	Не консервируют	2 часа	Отбирать только в стеклянные бутылки
6. Водородный показатель (рН)	Не консервируют	При отборе пробы	В бутылки не оставлять пузырьков воздуха
	Не консервируют	6 часов	

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
1	2	3	4
7. Гидрокарбонаты	Не консервируют	2 суток	
8. Железо общее	Не консервируют	4 часа	
	2–4 мл хлороформа или 3 мл концентрированной азотной (соляной) кислоты	2 суток	
9. Жесткость общая	Не консервируют	2 суток	
Запах (без нагревания)	Не консервируют	2 часа	
11. Кальций	Не консервируют	2 суток	
12. Карбонаты	Не консервируют	2 суток	
13. Металлы тяжелые (медь, свинец, цинк)	Не консервируют	В день отбора	
	3 мл азотной или соляной кислоты (до pH = 2)	3 суток	Хранить при 4 °С
14. Мутность	Не консервируют	2 суток	Перед анализом
15. Нефтепродукты	Не консервируют	В день отбора	Отбирать в стеклянные бутылки
	2–4 мл хлороформа	5 суток	
	Экстракция на месте	1 месяц	

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
1	2	3	4
16. Никель	Не консервируют	В день отбора	
	3 мл концентрированной азотной (соляной) кислоты	3 суток	Хранить при 4 °С
17. Нитраты	Не консервируют	2 часа	Хранить при 4 °С
18. Нитриты	2–4 мл хлороформа	3 суток	Хранить при 4 °С
19. Пенистость	Не консервируют	В день отбора	
20. Прозрачность	Не консервируют	4 часа	
21. Растворенный кислород	Не консервируют	1 сутки	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора
22. Сероводород (сульфиды)	Не консервируют	1 сутки	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора
23. Сульфаты	Не консервируют	В день отбора	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
1	2	3	4
	2 мл хлороформа	1–2 суток	
25. Фенолы	Не консервируют	В день отбора	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора
26. Фосфаты (полифосфаты, общий фосфор)	Не консервируют	В день отбора	
	2–4 мл хлороформа	1 сутки	
27. Фториды	Не консервируют	7 суток	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора
28. Хлориды	Не консервируют	В день отбора	Возможна адсорбция
	3 мл азотной или соляной кислоты (до pH = 2)	1–2 суток	Возможна адсорбция
30. Цветность	Не консервируют	В день отбора	
	2–4 мл хлороформа	1–2 суток	

ЛИТЕРАТУРА

1. Руководство по анализу воды. Питьевая и природная вода, почвенные вытяжки / под ред. А.Г. Муравьева. СПб.: «Кристалл», 2011.
2. URL: <http://galvanoplastika/21-tekhnicheskaya-galvanoplastika-8>
3. URL: <https://helpiks.org/2-116307.html>
4. URL: http://kit.chem.kemsu.ru/files/u4mater/Analiz_konkr/Voda.pdf
5. URL: <http://icolog.ru/labi/index.htm> (лабы)
6. *Шилько М.П., Бурлаков А.А., Михайлов Е.А., Мухин Н.А.* Определение экологических показателей природной среды: учебное пособие. Ярославль: Ярославский госуд. техн. ун-т, 2010.
7. *Пименова В.* Химические методы анализа в мониторинге водных объектов. Пермь: ФГОУ ВПО «Пермская ГСХА», 2011.
8. URL: <https://studfiles.net/preview/2480359/page:3/>
9. URL: <https://studfiles.net/preview/5050017/page:34/>
10. URL: <https://helpiks.org/4-49118.html>
11. URL: <https://webcache.googleusercontent.com/search?q>
12. URL: <http://masters.donntu.org/2012/fkita/sagaidak/library/article6.pdf>
13. URL: [пф/galvanoplastika/22-tekhnicheskaya-galvanoplastika-9](pф/galvanoplastika/22-tekhnicheskaya-galvanoplastika-9)
14. ПНД Ф 14.1:2.1–95. Методика выполнения измерений массовой концентрации ионов аммония в природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Несслера.
15. URL: <https://studfile.net/preview/5050017/page:28/>

Составитель
Н.В. Яковлева

ХИМИЯ ВОДЫ

Методические указания
для выполнения практических работ

Редактор И.С. Волоскова
Компьютерная верстка А.Ш. Мельниковой

Подписано в печать 23.06.2020.
Формат 60×84 ¹/₁₆. Печать офсетная.
Объем 9,75 п.л. Тираж 100 экз. Заказ 47.

Издательство КРСУ
720000, Бишкек, ул. Киевская, 44

Отпечатано в типографии КРСУ
720048, Бишкек, ул. Анкары, 2а