

**ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КАЛИНИНГРАДСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»**

Н.Р. Ахмедова

ВОДОПОДГОТОВКА И ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД

Учебно-методическое пособие по лабораторным работам
для студентов, обучающихся в бакалавриате
по направлению подготовки
«Природообустройство и водопользование»

Калининград

Издательство ФГБОУ ВО «КГТУ»

2016

УДК 504.06

Рецензент

к.т.н., доцент кафедры водных ресурсов и водопользования ФГБОУ ВО
«Калининградский государственный технический университет»

Е.А. Нелюбина

Ахмедова, Н.Р.

Водоподготовка и очистка сточных вод: учебно-методическое пособие по лабораторным работам / Н.Р. Ахмедова. – Калининград: Издательство ФГБОУ ВО «КГТУ», 2016. – 58 с.

Учебно-методическое пособие содержит задания к лабораторным работам, необходимую для решения поставленных задач справочную информацию по курсу «Водоподготовка и очистка сточных вод» для студентов, обучающихся в бакалавриате по направлению подготовки «Природообустройство и водопользование».

Ил. 9, табл. 9, список лит. - 11 наименований

Учебно-методическое пособие рассмотрено и одобрено кафедрой водных ресурсов и водопользования ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет» 1 сентября 2016 г., протокол № 1

Учебно-методическое пособие одобрено и рекомендовано к изданию советом факультета промышленного рыболовства ФГБОУ ВО «Калининградский государственный технический университет» 27 сентября 2016 г., протокол № 1

© Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение высшего образования «Калининградский государственный технический университет» «Калининградский государственный технический университет», 2016 г.

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение.....	4
Требования техники безопасности при проведении лабораторных работ.....	5
Приборы, материалы, реактивы.....	7
Лабораторная работа №1 Правила отбора, транспортировки и хранения проб. Методы определения показателей качества воды.....	11
Лабораторная работа №2 Определение органолептических показателей воды.....	16
Лабораторная работа №3 Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность.....	23
Лабораторная работа №4 Определение общей жесткости воды.....	27
Лабораторная работа №5 Определение содержания сульфатов и хлоридов в воде.....	31
Лабораторная работа №6 Биогенные элементы.....	35
Лабораторная работа №7 Определение содержания металлов.....	40
Список используемой литературы.....	43
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	44
Приложение А. Способы приготовления растворов, необходимых для проведения анализов.....	44
Приложение Б. Типы проб, методы отбора и их преимущественное использование.....	48
Приложение В. Методы хранения и консервации проб.....	50
Приложение Г. Пример оформления акта отбора проб воды.....	53
Приложение Д. Протокол исследования качества воды.....	54
Приложение Ж. Словарь терминов.....	55

ВВЕДЕНИЕ

При освоении дисциплины «Водоподготовка и очистка сточных вод» формируется способность принимать технологические решения при проектировании систем водоподготовки и очистки сточных вод, осуществлять контроль соответствия разрабатываемых проектов регламентам качества с учетом санитарных и природоохранных требований.

В результате изучения данного курса студенты должны научиться выполнять анализ и производить оценку качества воды, использовать полученные данные при проектировании и эксплуатации объектов природообустройства и водопользования с учетом экологически обоснованных норм воздействия на живую природу строительной, хозяйственной деятельности человека и эксплуатации ЖКХ.

В настоящем учебно-методическом пособии содержатся задания по лабораторным работам по всем темам дисциплины, методические указания и справочные сведения, необходимые для их выполнения.

ТРЕБОВАНИЯ ТЕХНИКИ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ПРОВЕДЕНИИ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

При проведении лабораторных работ необходимо соблюдение правил безопасности, так как при отборе и анализе проб воды используются различные устройства и приборы, ядовитые и огнеопасные вещества.

Работы, связанные с отбором проб воды, регламентируются нормативным документом «Правила безопасности при геологоразведочных работах» (утв. Министерством природных ресурсов РФ) и другими действующими нормативными документами. При проведении анализа проб воды следует руководствоваться правилами, изложенными в документе ПНД Ф 12.13.1-03 Методические рекомендации. Техника безопасности при работе в аналитических лабораториях (общие положения).

При работе в химической лаборатории необходимо обязательное соблюдение следующих основных правил:

1. Перед проведением опыта необходимо внимательно изучить его последовательность и проверить концентрации используемых реактивов.
2. На рабочем столе должен быть порядок, находиться те приборы и реактивы, которые нужны для проведения опыта.
3. Запрещается оставлять без присмотра работающие установки, приборы.
4. Нельзя использовать реактивы, помещенные в склянки без этикетки.
5. Нельзя пробовать на вкус и вдыхать химические реагенты.
6. Необходимо избегать попадания химических реагентов на слизистые оболочки, кожу, одежду.
7. Следует использовать резиновые перчатки, работы проводить в защитном халате.

8. Запрещается выбрасывать в раковину отходы химических реактивов, сливать органические растворители, водные растворы химических веществ.
9. Необходимо соблюдать осторожность при работе со стеклянной посудой.
10. Запрещается проведение опытов без сотрудников лаборатории.

ПРИБОРЫ, МАТЕРИАЛЫ, РЕАКТИВЫ

Требования к лабораторному оборудованию и посуде регламентируются различными нормативными документами. В этом разделе рассматривается посуда, которая используется в лабораторных работах данного курса дисциплины.

Стаканы предназначены для фильтрования, выпаривания и приготовления растворов в лабораторных условиях (рис. 1). Стаканы могут быть высокие и низкие; с носиком и без носика.

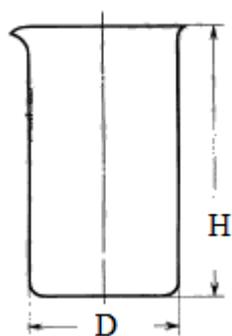


Рис. 1. Стакан с носиком

Колбы используются для фильтрования, выпаривания, перегонки, разгонки, дистилляции и синтеза в лабораторных условиях (рис.2-4).

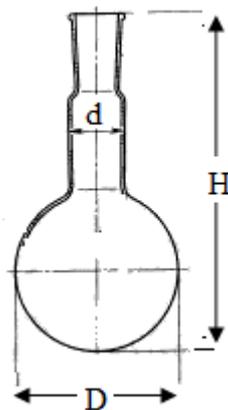


Рис. 2. Колба круглодонная (тип К)



Рис. 3. Колба плоскодонная (тип П)

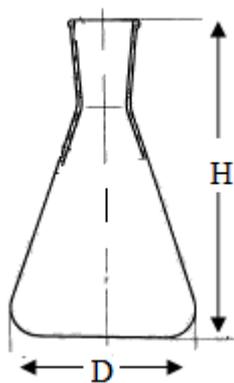


Рис. 4. Колба коническая (тип Кн)

Пробирки предназначены для лабораторных работ (рис. 5).

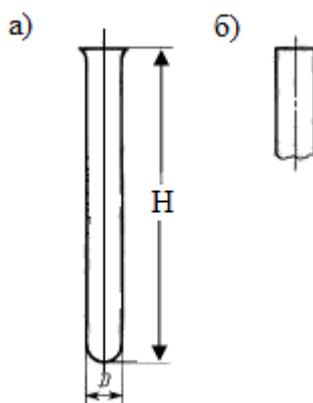


Рис. 5. Пробирка:

а – цилиндрическая с развернутым краем (тип П1);

б – цилиндрическая (тип П2)

Воронки используются для лабораторных работ (рис. 6).

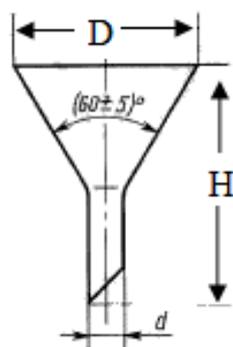


Рис. 6. Воронка лабораторная (тип В)

Капельницы предназначены для дозирования индикаторов и других растворов (рис. 7).

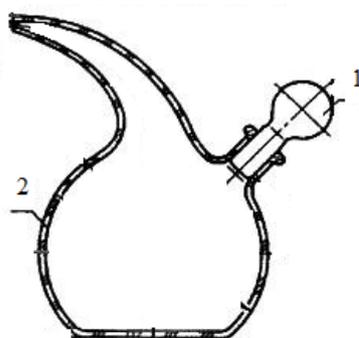


Рис. 7. Капельница с клювиком:
1 – стеклянная пробка; 2 – колба

Стеклянные палочки используют для переноса небольшого количества жидкости из одного сосуда в другой, размешивания и т.д.

Шпатель нужен для отбора порошкообразных и кристаллических веществ.

Водяная баня предназначена для нагревания, высушивания и других операций термической обработки проб, а *пипетки градуированные* - для точного отбора и переноса жидкости (рис. 8).

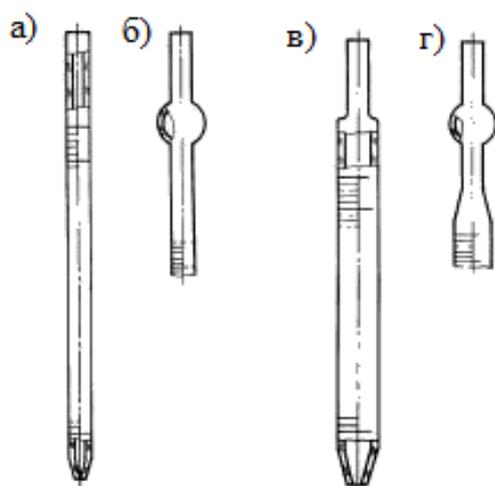


Рис. 8. Пипетки градуированные:

- а) с делениями прямая; б) с делениями прямая с запасным резервуаром;
- в) с делениями с расширением; г) с делениями и запасным резервуаром.

Бюретки – градуированные цилиндрические трубки, которые применяются при титровании (рис. 9).



Рис. 9. Бюретка без крана

Способы приготовления растворов, необходимых для проведения анализов, представлены в приложении А.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ПРАВИЛА ОТБОРА, ТРАНСПОРТИРОВКИ И ХРАНЕНИЯ ПРОБ. МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Цель работы: научиться работать с нормативными документами, регламентирующими правила отбора проб и методы гидрохимического анализа.

Задание: произвести отбор воды из поверхностного источника, обосновать методы гидрохимического анализа пробы.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование: пробоотборные ёмкости.

Порядок выполнения работы:

1. Определить цель отбора пробы.
2. Промаркировать ёмкости для проб.
3. Произвести отбор проб воды.
4. Заполнить акт отбора проб.
5. Используя информацию, изложенную в справочных сведениях, определить методы анализа воды по следующим показателям: цветность, мутность, прозрачность, запах, сульфаты, хлориды.

Справочные сведения

В соответствии с ГОСТ Р 51592-2000 целью отбора проб является определение качества исследуемой воды.

Правильный отбор проб составляет основу репрезентативных результатов лабораторных исследований качества воды по установленным показателям. Особенности отбора проб зависят от цели отбора и от природы исследуемой воды. Основные документы, в которых отражены рекомендации по отбору проб: ГОСТ 2481-80, ГОСТ 17.1.5.05, ИСО 5667-2, ИСО 5667-3 и др.

Типы отбираемых проб представлены в приложении Б. Объем взятой пробы должен соответствовать установленному в нормативном документе на метод определения конкретного показателя. Для неполного анализа, при котором определяют только несколько компонентов, достаточно отобрать один литр воды.

Метод отбора проб выбирают в зависимости от типа воды, глубины пробоотбора, цели исследований и перечня определяемых показателей.

Для отбора точечных проб на заданной глубине применяют батометры, допускается отбор проб воды бутылкой. Пробы для определения растворимых газов должны быть получены только с помощью оборудования, которое собирает пробы перемещением воды быстрее, чем перемещение воздуха из пробоотборника. При отборе проб, предназначенных для определения органических веществ, применяют только стеклянные ёмкости предпочтительно коричневого цвета.

При некоторых исследованиях допускается использовать стакан с делениями, пластмассовый цилиндр или цилиндр из нержавеющей стали, открытый с обоих концов. В точке отбора проб цилиндр перед поднятием на поверхность закрывают с обоих концов специальным устройством.

Ёмкости для отбора проб должны быть тщательно промыты, чтобы свести к минимуму возможные загрязнения пробы.

Анализ воды может проводиться непосредственно после отбора проб или в течение сроков, определённых нормативным документом, с соблюдением условий хранения и транспортировки. Рекомендации по методам хранения и консервации проб для некоторых показателей представлены в приложении В.

Все процедуры отбора проб должны быть строго документированы (пример акта в приложении Г). Сведения о месте отбора проб и условиях, при которых они были отобраны, указывают на этикетке и прикрепляют к ёмкости для отбора проб.

При отборе проб должны строго соблюдаться требования безопасности, отвечающие действующим нормам и правилам.

Существуют различные методы определения показателей качества воды: химические, физические, физико-химические.

Положение о государственной наблюдательной сети (РД 52.04.567-2003) устанавливает перечень методик при проведении количественного химического анализа природных поверхностных вод суши и очищенных сточных вод.

Колориметрический метод основан на определении концентрации вещества путем измерения интенсивности окраски, изменившей первоначальную окраску пробы. Определение интенсивности окраски производят визуально. При измерении интенсивности окраски с помощью прибора фотоколориметра метод называется *фотоколориметрическим*.

В *нефелометрических методах* для определения концентрации какого-либо иона используется явление рассеяния света взвешенными в растворе частицами осадка, который образован в результате той или иной реакции осаждения определяемого вещества (иона).

Турбидиметрический метод анализа основан на измерении интенсивности света, прошедшего через среду со взвешенными частицами.

Флуоресцентный метод основан на измерении интенсивности флуоресценции: под действием энергии падающего света молекулы вещества испускают излучение. Это свойство присуще молекулам циклических ароматических соединений.

Хроматографические методы основаны на распределении исследуемого компонента между двумя фазами: подвижной и неподвижной. Эти методы, как правило, используют для определения органических соединений.

Электрохимические методы основаны на измерениях тока, разностей потенциалов, сопротивлений и зарядов.

Титриметрический метод – метод количественного химического анализа, основан на измерении объема реагента точно известной концентрации, затраченного на реакцию взаимодействия с определяемым веществом.

Органолептический анализ – сенсорный анализ продуктов, вкусовых и ароматических веществ с помощью обоняния, вкуса, зрения, осязания и слуха.

В табл. 1.1 указаны методы анализа воды для некоторых веществ, используемые при проведении опытов в полевых условиях.

Таблица 1.1

Методы определения некоторых показателей качества воды

Наименование показателя	Метод определения
<i>1</i>	<i>2</i>
Цветность	Колориметрический
Запах	Органолептический
Вкус, привкус	«-«
рН	Колориметрический
Магний	Расчётный
Калий + натрий	«-«
Карбонаты	Титриметрический
Гидрокарбонаты	«-«
Сульфаты	Турбидиметрический
Хлориды	Титриметрический
Кальций	«-«
Аммоний	Колориметрический Титриметрический
Нитриты	Колориметрический
Нитраты	«-«
Щёлочность	Титриметрический

<i>1</i>	<i>2</i>
Общий фосфор	Колориметрический
Железо общее	Колориметрический
Алюминий	Колориметрический
Общая жёсткость	Титриметрический

Вопросы для самопроверки

1. Принцип определения прозрачности воды в лабораторных условиях.
2. Как определяют запах воды?
3. Назовите виды вкуса воды.
4. Какими терминами можно охарактеризовать мутность воды?
5. Назовите методы анализа качества воды.
6. Принцип проведения колориметрического метода.
7. На чём основаны электрохимические методы анализа качества воды?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОРГАНОЛЕПТИЧЕСКИХ ПОКАЗАТЕЛЕЙ ВОДЫ

Цель работы: ознакомиться с основными способами определения физических свойств воды в лабораторных условиях.

Задание: определить такие показатели воды, как цветность, мутность, прозрачность, запах, вкус.

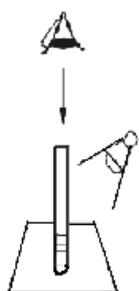
Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы для качественного определения цветности воды: пробирка стеклянная высотой 15–20 см, лист белой бумаги (в качестве фона).

Для определения *цветности* воды нужно отобрать пробу объемом не менее 200 см³ в емкость, изготовленную из полимерных материалов или стекла. Пробу не консервируют, анализируют как можно быстрее после отбора.

Порядок выполнения работы:

1. Заполнить пробирку анализируемой водой на высоту 10 см.



2. Определить цветность воды, рассматривая пробирку сверху на белом фоне при рассеянном дневном освещении. Результат определения описывается словесно с указанием оттенка и интенсивности окрашивания (слабое или сильное).

Оборудование для количественного определения цветности воды: хром-кобальтовая шкала цветности в виде модельных эталонных растворов; колориметрическая пробирка.

Порядок выполнения работы:

1. При наличии взвешенных частиц пробу необходимо отфильтровать через бумажный фильтр.

2. Наполнить колориметрическую пробирку анализируемой водой до края и закрыть пробкой.

3. Пробирку с анализируемой водой перевернуть пробкой вниз и сравнить окраску исследуемого образца со стандартной шкалой цветности.

4. Определить ближайшее по окраске поле и соответствующее ему значение в градусах цветности: 0; 10; 20; 30; 40; 60; 100; 300; 1000° – в случае модельных эталонных растворов хром-кобальтовой шкалы.

При определении *мутности и прозрачности* воды пробы следует отбирать в стеклянные бутылки, закрывать пробками и проводить определение по возможности сразу же после отбора. Если же хранение неизбежно, пробы следует хранить в прохладном темном помещении, но не дольше суток, препятствовать контакту пробы с воздухом и избегать резкого изменения температуры. Если пробы хранятся при охлаждении, их необходимо перед анализом выдержать при комнатной температуре.

Оборудование и реактивы для качественного определения мутности воды: пробирка стеклянная высотой 10–12 см, лист темной бумаги (в качестве фона).

Порядок выполнения работы:

1. Заполнить пробирку высотой 10-12 см.
2. Определить мутность воды, рассматривая пробирку на темном фоне при достаточном боковом освещении. Воду характеризуют в соответствии с табл. 2.1.

Таблица 2.1

Мутность воды

Характеристика	Балл	Характеристика	Балл
Мутность не заметна (отсутствует)	0	Слабо мутная	3
Слабо опалесцирующая ¹	1	Мутная	4
Опалесцирующая ¹	2	Очень мутная	5

¹ **ОПАЛЕСЦИРУЮЩАЯ** — вода, в которой при просвечивании появляется оттенок перламутра, обусловленный взвешенными в воде тонкодисперсными веществами.

Оборудование и реактивы для количественного определения прозрачности воды: ламинированный образец шрифта (высота 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм) или юстировочная метка, пипетка для отбора воды, стеклянный цилиндр с непрозрачными стенками и прозрачным плоским дном, шприц с соединительной трубкой.

Порядок выполнения работы:

1. Пробу тщательно взболтать, налить в цилиндр. Поместить на листок со стандартным шрифтом. Высота воды в цилиндре должна быть такой, чтобы буквы стандартного шрифта читались с трудом.

2. Прозрачность пробы определять сверху при достаточном освещении, но не на прямом солнечном свете.

3. Необходимо постепенно понижать уровень пробы, отбирая пипеткой воду до тех пор, пока не станет видимым образец шрифта или юстировочная метка.

4. Измерение высоты столба воды (в см) повторяют несколько раз и вычисляют среднее значение. Данная величина будет характеризовать величину прозрачности (табл. 2.2).

Таблица 2.2

Характеристика вод по прозрачности

Характеристика пробы воды	Высота столба жидкости в пробирке
Прозрачная	Более 30 см
Маломутная	Более 25 до 30 см
Средней мутности	Более 20 до 25 см
Мутная	Более 10 до 20 см
Очень мутная	Менее 10 см

Оборудование и реактивы для определения запаха воды: две колбы объемом 250–500 мл с пробкой, часовое стекло, водяная баня.

Порядок выполнения работы:

1. Заполнить колбу водой на 2/3 объема, закрыть пробкой.

2. Взболтать содержимое колбы вращательным движением руки. Открыть колбу и тотчас же определить характер запаха и его интенсивность (табл. 2.3.).

3. В другую колбу поместить пробу воды, прикрыть горлышко стеклом.

4. Подогреть пробу на водяной бане до температуры 60°C, перемешать содержимое встряхиванием, открыть колбу и определить характер и интенсивность запаха (табл. 2.3).

Естественные запахи могут быть классифицированы как ароматический, болотный, гнилостный, древесный, землистый, плесневый, рыбный, сероводородный, травянистый, неопределенный. Искусственные запахи называют по вызывающим их веществам, например, бензиновый, хлорный.

Таблица 2.3

Таблица для определения характера и интенсивности запаха

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха
Никакого запаха	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах сразу не ощущается, но обнаруживается при тщательном исследовании (при нагревании воды)	1
Слабая	Запах замечается, если обратить на это внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о качестве воды	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от употребления	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

Оборудование и реактивы для определения вкуса воды: колба.

Порядок выполнения работы:

1. Анализируемую воду набирают в рот и задерживают на три - пять секунд, не проглатывая. После определения вкуса воду сплевывают. **Воду не проглатывать!**

2. Интенсивность вкуса и привкуса оценивают по 5-балльной шкале, приведенной в табл. 2.4.

Таблица 2.4

Таблица для определения характера и интенсивности вкуса и привкуса

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер проявления вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса
Нет	Вкус и привкус не ощущаются	0
Очень слабая	Вкус и привкус сразу не ощущаются потребителем, но обнаруживаются при тщательном тестировании	1
Слабая	Вкус и привкус замечаются, если обратить на это внимание	2
Заметная	Вкус и привкус легко замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о качестве воды	3
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от употребления	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильные, что делают воду непригодной к употреблению	5

Результаты измерений оформляют в виде протокола (приложение Д).

Справочные сведения

Цветность является важным показателем качества воды, обычно обусловлена присутствием окрашенного органического вещества. В соответствии с ГОСТ Р 52769-2007 под цветностью понимается условно принятая количественная характеристика для описания цвета природной и питьевой воды, имеющей незначительную естественную окраску. Цветность воды можно определить качественно и количественно; визуальным методом или фотометрическим. Цвет вод, содержащих большие количества взвешенных веществ, определяют после их отстаивания.

Мутность воды обусловлена присутствием в пробе нерастворенных и коллоидных веществ неорганического и органического происхождения. Измерение мутности необходимо для оценки питьевых и поверхностных вод.

Мутность воды определяют *фотометрически* (турбидиметрически – по ослаблению проходящего света или нефелометрически – по светорассеянию в отраженном свете), а также визуально – по степени мутности столба высотой 10–12 см в мутномерной пробирке. Одновременно с мутностью воды определяют ее прозрачность.

Прозрачность (светопропускание) воды зависит от ее мутности и цвета.

Запах воды вызывают летучие пахнущие вещества, попадающие в нее естественным путем или со сточными водами.

Запах по характеру подразделяют на две группы:

- естественного происхождения (от живущих и отмерших организмов, от влияния почв, водной растительности и т.п.);
- искусственного происхождения.

Основными причинами возникновения запаха являются гниющие растения, грибки и плесень, железистые и сернистые бактерии, железо, марганец, медь, цинк, промышленные отходы, хлорирование воды.

Обычно запах определяют при нормальной (20°C) и при повышенной (60°C) температуре воды.

Вкус воды определяют только при исследовании источников питьевой воды при отсутствии подозрений на ее загрязненность. Различают четыре вкуса: солёный, кислый, горький, сладкий. Остальные вкусовые ощущения считаются привкусами (солонюватый, горьковатый, металлический, хлорный и т.п.). Результат определения зависит от вкусового восприятия исследователя, поэтому во избежание ошибки необходимо, чтобы определение проводили одновременно несколько человек.

Вопросы для самопроверки

1. Принцип определения прозрачности воды в лабораторных условиях.
2. Как определяют запах воды?
3. Назовите виды вкуса воды.
4. Какими терминами можно охарактеризовать мутность воды?
8. Назовите метод определения вкуса воды.
9. Определение нефелометрических методов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

КАРБОНАТЫ, ГИДРОКАРБОНАТЫ, КАРБОНАТНАЯ ЖЕСТКОСТЬ И ЩЕЛОЧНОСТЬ

Цель работы: научиться определять жесткость и щелочность воды и осуществлять первичную обработку результатов.

Задание: определить содержание карбонатов и гидрокарбонатов, рассчитать карбонатную жесткость и щелочность природной воды.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы: пипетки, мерный шприц с наконечником и соединительной трубкой, пипетки-капельницы, две склянки (10 мл), раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%-ный) водный, раствор индикатора фенолфталеина, раствор соляной кислоты титрованный (0,05 моль/л).

Порядок выполнения работы:

1. В первую склянку с 10 мл исследуемой воды добавить пипеткой три-четыре капли раствора фенолфталеина.

2. Оценить наличие карбонат-анионов по цвету пробы воды. Если окрашивание отсутствует или имеет место слабо-розовое окрашивание, то считают, что карбонат-анион в такой воде отсутствует. Если окрашивание было отмечено, то необходимо произвести титрование пробы с помощью мерного шприца с наконечником или мерной пипеткой с раствором соляной кислоты. Титрование проводят до тех пор, пока анализируемая проба не приобретет слабо-розовую окраску. Фиксируют объем раствора соляной кислоты, затраченный на титрование по фенолфталеину V_{ϕ} , мл.

3. Во вторую склянку набрать 10 мл анализируемой воды, добавить пипеткой одну-две капли раствора метилоранжа.

4. Титровать вторую пробу при помощи мерного шприца или пипетки раствором соляной кислоты. Титрование производить до перехода желтой

окраски в оранжевую. Зафиксировать объем раствора соляной кислоты, затраченный на титрование по метилоранжу V_{MO} , мл.

5. Рассчитать массовые концентрации анионов по формулам:

$$C_{\text{CO}_3^{2-}} = \frac{V_K \cdot 60 \cdot 1000}{V_{\text{ПРОБЫ}}}, \text{ (мг/л)}; \quad C_{\text{HCO}_3^-} = \frac{(V_{ГК} - V_K) \cdot C_{\text{HCl}} \cdot 61 \cdot 1000}{V_{\text{ПРОБЫ}}}, \text{ (мг/л)},$$

где V_K и $V_{ГК}$ - объемы раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование карбоната и гидрокарбоната, мл; C_{HCl} - точная концентрация титрованного раствора соляной кислоты (нормальность), моль/л экв.; 60 и 61 - эквивалентные массы карбонат- и гидрокарбонат-анионов, соответственно, в соответствующих реакциях; 1000 - коэффициент пересчета единиц измерений; $V_{\text{ПРОБЫ}}$ - объем пробы воды, взятой для анализа, мл.

6. В зависимости от соотношения между количествами кислоты, израсходованными на титрование по фенолфталеину V_ϕ и метилоранжу V_{MO} , по табл. 3.1 определить подходящий вариант для вычисления ионных форм, обуславливающих потребление кислоты при титровании.

Таблица 3.1

Определение ионных форм, обуславливающих потребление кислоты на титрование

Соотношение между опытными значениями V_ϕ и V_{MO}	Вклад ионных форм в потребление кислоты		
	гидроксо- анионом, V_{OH}	карбонат- анионом, V_K	гидрокарбонат- анионом, $V_{ГК}$
$V_\phi = 0$	0	0	V_{MO}
$2V_\phi < V_{MO}$	0	$2V_\phi$	$V_{MO} - 2V_\phi$
$2V_\phi = V_{MO}$	0	V_{MO}	0
$2V_\phi > V_{MO}$	$2V_\phi - V_{MO}$	$2(V_{MO} - V_\phi)$	0
$V_\phi = V_{MO}$	V_{MO}	0	0

☞ Сумма потребления кислоты на все три формы должна быть равна общему потреблению кислоты.

☞ $V_\phi = 0$. Карбонаты, гидроксо-анионы в пробе отсутствуют, присутствуют только гидрокарбонаты.

☞ $2V_{\Phi} < V_{MO}$. Отсутствуют гидроксо-анионы, но присутствуют и карбонаты, и гидрокарбонаты, причем $V_K = 2V_{\Phi}$, $V_{ГК} = V_{MO} - 2V_{\Phi}$.

☞ $2V_{\Phi} = V_{MO}$. Гидрокарбонаты отсутствуют, содержатся практически только карбонаты, которые количественно переходят в гидрокарбонаты. Именно этим объясняется удвоенное по сравнению с V_{Φ} потребление кислоты V_{MO} .

Сточные,
загрязненные
воды

☞ $2V_{\Phi} > V_{MO}$. Гидрокарбонаты отсутствуют, содержатся карбонаты и гидроксо-анионы, при этом содержание $V_{OH} = 2V_{\Phi} - V_{MO}$ $V_K = 2(V_{MO} - V_{\Phi})$.

☞ $V_{\Phi} = V_{MO}$. Отсутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты. Потребление кислоты обусловлено присутствием сильных щелочей, содержащих гидроксо-анионы.

7. Расчет карбонатной жесткости $Ж_K$ и щелочности воды $Щ$ произвести по формулам:

$$Ж_K = C_{CO_3^{2-}} \cdot 0,0333 + C_{HCO_3^-} \cdot 0,0164, \text{ мг-экв/л};$$

$$Щ_{CB} = 5 \cdot V_{\Phi}, \text{ мг-экв/л}; \quad Щ_O = 5 \cdot V_{MO}, \text{ мг-экв/л},$$

где $Ж_K$ – карбонатная жесткость воды, мг-экв/л; $C_{CO_3^{2-}}$ – массовая концентрация карбонат-аниона, мг/л; $C_{HCO_3^-}$ – массовая концентрация гидрокарбонат-аниона, мг/л; $Щ_{CB}$ – свободная щелочность, мг-экв/л; $Щ_O$ – общая щелочность, мг-экв/л; V_{Φ} – объем раствора соляной кислоты, затраченный на титрование по фенолфталеину, мл; V_{MO} – объем раствора соляной кислоты, затраченный на титрование по метилоранжу, мл.

Результаты измерений оформляют в виде протокола.

Справочные сведения

Карбонаты и гидрокарбонаты представляют собой компоненты, определяющие природную щелочность воды. Определение карбонат- и гидрокарбонат-анионов является титриметрическим и основано на их

реакции с водородными ионами в присутствии фенолфталеина (при определении карбонат-анионов) или метилового оранжевого (при определении гидрокарбонат-анионов) в качестве индикаторов.

Общая жесткость воды показывает концентрацию в ней катионов двухвалентных щелочноземельных металлов. Карбонатная жесткость - это количество кальция и магния, эквивалентное количеству карбонатов и гидрокарбонатов. Некарбонатная жесткость – разность между общей и карбонатной жесткостью – показывает количество катионов щелочноземельных металлов, соответствующее анионам минеральных кислот: хлорид-ионам, нитрат-ионам и др.

Вопросы для самопроверки

1. Что такое жесткость воды?
2. Чем обусловлена жесткость воды?
3. Что такое карбонатная и некарбонатная жесткость?
4. Назовите метод качественного химического анализа, который был использован при определении жесткости воды.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ

Цель работы: научиться определять общую жесткость воды и осуществлять первичную обработку результатов.

Задание: определить общую жесткость природной воды.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы: ножницы; палочка стеклянная; пипетка на 2 мл или на 5 мл с резиновой грушей (медицинским шприцем) и соединительной трубкой; пипетка-капельница; склянка с меткой «10 мл». Вода дистиллированная; раствор буферный аммиачный; раствор индикатора хром темно-синего кислотного; раствор трилона Б (0,05 моль/л экв.).

Порядок выполнения работы:

1. Налить в склянку 10 мл анализируемой воды.
2. Добавить в склянку пипетками шесть-семь капель раствора буферного аммиачного и четыре-пять капель раствора индикатора хром темно-синего. Далее необходимо герметично закрыть склянку пробкой и встряхнуть для перемешивания.

3. Содержимое склянки постепенно титровать раствором трилона Б до перехода окраски в точке эквивалентности из винно-красной в ярко-голубую.

Склянку нужно периодически встряхивать для перемешивания пробы. После изменения окраски пробу необходимо выдержать еще около минуты для полного протекания реакции, после чего принять решение об окончании титрования (окраска раствора может несколько восстановиться - в этом случае необходимо добавить еще некоторое количество раствора трилона Б).

4. Определить объем раствора, израсходованный на титрование общей жесткости ($V_{OЖ}$, мл), и рассчитать величину общей жесткости ($C_{OЖ}$) в ммоль/л экв. по формуле

$$C_{\text{ОЖ}} = V_{\text{ТР}} \cdot N \cdot 1000 / V_{\text{А}},$$

где $V_{\text{ТР}}$ – объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл; N – концентрация титрованного раствора трилона Б, моль/л экв.; $V_{\text{А}}$ – объем воды, взятой на анализ, мл; 1000 – коэффициент пересчета единиц измерения из моль/л в ммоль/л.

Результаты измерений оформляют в виде протокола.

Справочные сведения

Различают временную (устранимую кипячением) жесткость и постоянную. Временная жесткость обусловлена наличием в воде бикарбонатов, постоянная – преимущественно сульфатов и хлоридов кальция и магния. Сумма значений временной и постоянной жесткости образует общую жесткость.

Таким образом, можно сказать, что *общая жесткость* воды показывает концентрацию в ней катионов двухвалентных щелочноземельных металлов, прежде всего кальция и магния, т.к. в природной воде общее содержание ионов кальция и магния значительно больше, чем ионов стронция, бария, железа и марганца. Данные элементы содержатся в природной воде вследствие растворения карбонатов или в результате биохимических процессов, которые происходят в верхних слоях почвы.

По стандарту ИСО 6107-1-8:1996 «Качество воды. Словарь» жесткость определяется как способность воды образовывать пену с мылом.

Общая жесткость воды измерялась ранее в мг-экв/л, затем, с 1989 года, в моль/м³ (в соответствии с ГОСТ 4151-72). С 2005 года в соответствии с ГОСТ Р 52029-2003 «Вода. Единица жесткости» жесткость воды выражается в градусах жесткости (°Ж). Градус жесткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, численно равной 1/2 его моля, выраженной в мг/дм³ (г/м³).

Соотношения национальных единиц жесткости воды представлены в табл. 4.1.

Таблица 4.1

Пересчет жесткости воды в национальные единицы

Страна	Обозначение единицы жесткости	РФ	Германия	Великобритания	Франция	США
Россия	°Ж	1	2,80	3,51	5,00	50,04
Германия	°DH	0,357	1	1,25	1,78	17,84
Великобритания	°Clark	0,285	0,80	1	1,43	14,3
Франция	°F	0,20	0,56	0,70	1	10
США	ppm part per million (одна часть на миллион)	0,02	0,056	0,070	0,10	1

Значение общей жесткости - довольно важный показатель качества воды, имеет большое практическое значение, характеризует применение воды в различных отраслях.

В зависимости от pH и щелочности воды жесткость выше 10 °Ж может вызывать образование шлаков в распределительной системе водоснабжения и накипи при нагревании. Вода жесткостью менее 5 °Ж способна оказывать коррозионное воздействие на водопроводные трубы. Жесткость воды может влиять и на применяемость для потребления человеком с точки зрения ее вкусовых свойств.

Существуют различные способы определения жесткости воды: методы Варта-Пфейфера, Бляхера, Кларка, комплексонометрический и т.д.

Стандарт ГОСТ Р 52407-2005 «Вода питьевая. Методы определения жесткости» (распространяется на питьевые и природные воды, в том числе воды источников питьевого водоснабжения) устанавливает следующие методы определения жесткости воды: комплексонометрический; методы атомной спектроскопии.

Для определения массовой концентрации ионов кальция и магния используют метод измерения пламенной атомно-абсорбционной спектрометрией. Определение жесткости воды методом измерения концентраций ионов щелочноземельных элементов атомно-эмиссионной спектрометрией с индуктивно связанной плазмой является арбитражным по отношению к другим методам определения жесткости.

Классификация природных вод в зависимости от значения жесткости приведена в табл. 4.2.

Таблица 4.2

Классификация воды по жесткости

Группа воды	Значение жесткости, ммоль/л
Очень мягкая	До 1,5
Мягкая	Более 1,5 до 4,0
Средней жесткости	Более 4,0 до 8,0
Жесткая	Более 8 до 12
Очень жесткая	Более 12

По величине общей жёсткости различают воду *мягкую* (до 2 °Ж), *средней жёсткости* (2-10 °Ж) и *жёсткую* (более 10 °Ж).

Пробу отбирают объемом не менее 400 см³ для анализа по комплексометрическому методу и не менее 200 см³ для анализа по методам атомной спектрометрии в емкость, изготовленную из полимерных материалов или стекла. Срок хранения пробы воды - не более 24 ч. Общие требования к отбору проб регламентируются ГОСТ Р 51592 и ГОСТ Р 51593.

Вопросы для самопроверки

1. Что такое общая жесткость воды?
2. Какими единицами выражают величину общей жесткости?
3. Назовите способы определения общей жесткости.
4. Назовите классификацию воды по жёсткости.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФАТОВ И ХЛОРИДОВ В ВОДЕ

Цель работы: научиться проводить гидрохимический анализ.

Задание: определить содержание ионов сульфата и хлорида в пробе воды.

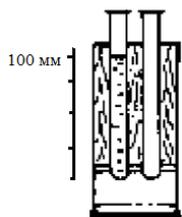
Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы для определения содержания сульфат-аниона: мутномер, пробирки мутномерные, пробка для мутномерной пробирки, пипетки на 2 (5) мл с резиновой грушей и соединительной трубкой, пипетка-капельница, линейка, раствор нитрата бария (насыщенный), раствор соляной кислоты (20%-ный).

Анализ выполняют в прозрачной воде. При необходимости воду фильтруют через бумажные фильтры.

Соблюдайте правила безопасности при работе в лаборатории: нитрат бария токсичен.

Порядок выполнения работы:



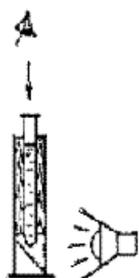
1. Поместить в мутномер две пробирки с рисунком-точкой на дне. В одну из пробирок налить анализируемую воду до высоты 100 мм.

2. Добавить к содержимому пробирки пипетками две капли раствора соляной кислоты и 14-15 капель раствора нитрата бария.

3. Герметично закрыть пробирку пробкой и встряхнуть, чтобы перемешать содержимое.

4. Пробирку с раствором оставить на 5-7 мин для образования суспензии (белого осадка).

5. Закрытую пробирку снова встряхнуть, чтобы перемешать содержимое.



6. Пипеткой перенести образовавшуюся суспензию во вторую пробирку (пустую пробирку, находящуюся в мутномере) до тех пор, пока в первой пробирке не появится изображение рисунка на дне. Измерить высоту столба суспензии h_1 .

Наблюдение проводить, направляя свет на вращающийся экран мутномера, который установлен под углом 45° .

7. Продолжать переносить суспензию во вторую пробирку до тех пор, пока в ней не скроется изображение рисунка. Измерить высоту столба суспензии h_2 .

8. Рассчитать среднее арифметическое измерений высоты столба суспензии по формуле

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

и по табл. 5.1 определить концентрацию сульфат-аниона, мг/л.

Таблица 5.1

Определение концентрации сульфат-аниона

Высота столба суспензии (h), мм	Массовая концентрация сульфат-аниона, мг/л	Высота столба суспензии (h), мм	Массовая концентрация сульфат-аниона, мг/л
100	33	65	50
95	35	60	53
90	38	55	56
85	40	50	59
80	42	45	64
75	45	40	72
70	47	-	-

Если изображение на дне мутномерной пробирки возникает при высоте столба суспензии менее 40 мм, пробу нужно разбавить дистиллированной водой в два раза и определение повторить. Если и в этом случае суспензия окажется слишком концентрированной, определение повторяют, разбавив анализируемую воду число раз, кратное двум.

Оборудование и реактивы для определения содержания хлорид-аниона: пипетки на 2 (5) мл с резиновой грушей и соединительной трубкой, пипетка-капельница, склянка с меткой «10 мл» с пробкой, раствор нитрата серебра (0,05 моль/л экв.) титрованный, раствор хромата калия (10%-ный).

Порядок выполнения работы:

1. Налить в склянку 10 мл анализируемой воды.
2. Добавить в склянку пипеткой-капельницей три капли раствора хромата калия.
3. Герметично закрыть склянку пробкой и встряхнуть, чтобы перемешать содержимое.
4. Постепенно титровать содержимое склянки раствором нитрата серебра, перемешивая до появления не исчезающей бурой окраски. Определить объем раствора, израсходованный на титрование $V_{\text{хл}}$, мл.
5. Рассчитать массовую концентрацию хлорид-аниона $C_{\text{хл}}$, мг/л, по формуле

$$C_{\text{хл}} = V_{\text{хл}} \cdot 178.$$

Результат округлить до целых чисел.

Результаты измерений оформляют в виде протокола.

Справочные сведения

Сульфаты (соли серной кислоты) присутствуют в большинстве природных вод. Больше всего сульфатов обнаруживается в водоемах, расположенных на грунтах, содержащих CaSO_4 , и засоленных.

Существенного влияния, токсического воздействия на живые

организмы сульфаты сами по себе не оказывают, но их высокая концентрация влияет на вкус воды.

Содержание в воде сульфат-иона определяют несколькими методами. В данной работе будет описан турбидиметрический метод, основанный на измерении высоты столба суспензии по его прозрачности (применим при концентрации сульфат-анионов не менее 30 мг/л).

Хлориды присутствуют практически во всех пресных водах (поверхностных и грунтовых), они являются главной составной частью солевого состава морской воды. Большое количество хлоридов в природной воде, если это не может быть объяснено гидрометеорологическими факторами, указывает на загрязнение водного объекта бытовыми или некоторыми промышленными сточными водами.

Считается, что высокая концентрация иона хлорида в питьевой воде не оказывает токсического воздействия на человека, но его содержание лимитируется по органолептическому показателю вредности.

Определение хлоридов в питьевых, поверхностных и сточных водах проводится различными методами: титриметрическими, потенциометрическими, нефелометрическими и кондуктометрическими.

В данной работе рассмотрен метод аргентометрического титрования. Аргентометрия – это метод, использующий раствор нитрата серебра.

Вопросы для самопроверки

1. От чего зависит содержание в воде хлоридов?
2. Какими единицами выражают количество хлоридов, содержащихся в воде?
3. Назовите способы определения хлорид-аниона.
4. О чем свидетельствует большое количество сульфатов в природной воде?
5. Что такое аргентометрия?
6. Порядок проведения анализа на содержание сульфат-аниона в воде.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №6

БИОГЕННЫЕ ЭЛЕМЕНТЫ

Цель работы: изучить методы определения содержания некоторых биогенных элементов в воде.

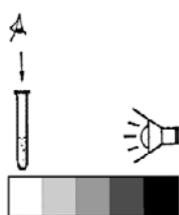
Задание: определить содержание аммония, нитратов, нитритов, ортофосфатов в природной воде.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы для определения содержания аммония: ножницы, пипетка на 2 мл, пробирка колориметрическая с меткой «5 мл», шприц медицинский с соединительной трубкой, шпатель, реактив Несслера, сегнетова соль.

Порядок выполнения работы:

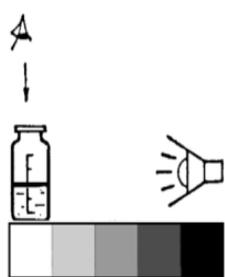
1. Налить анализируемую воду в колориметрическую пробирку до метки «5 мл».
2. Добавить в воду около 0,1 г (1/4 глубины шпателя) сегнетовой соли и туда же пипеткой 1,0 мл реактива Несслера. Содержимое пробирки перемешать встряхиванием.
3. Оставить смесь на 1-2 мин для завершения реакции.
4. Окраску раствора в пробирке сравнить на белом фоне с контрольной шкалой образцов окраски.



Оборудование и реактивы для определения содержания нитратов: пипетка-капельница на 3 мл, пробирки градуированные на 15 мл с пробкой (2 шт), склянки для колориметрирования с меткой «10 мл» (2 шт), флакон для приготовления реактива на нитрат-анионы, шпатель, порошок цинкового восстановителя, раствор α -нафтиламина, раствор сульфаниловой кислоты.

Порядок выполнения работы:

1. Приготовить реактив на нитрат-анионы (приложение А).
2. Градуированную пробирку ополоснуть несколько раз анализируемой водой. В пробирку отобрать 6 мл пробы, прибавить дистиллят до значения объема 11 мл и перемешать.
3. К содержимому пробирки добавить 2 мл свежеприготовленного реактива на нитрат-анионы. Закрыть пробирку пробкой и встряхнуть для перемешивания раствора.
4. Высыпать в пробирку около 0,2 г порошка цинкового восстановителя (1/2 шпателя, не образуя «горки»). Пробирку закрыть, содержимое тщательно перемешать.
5. Оставить пробирку на 15 мин для полного протекания реакции, периодически встряхивая содержимое пробирки.
6. В склянку для колориметрирования перелить раствор из пробирки до метки «10». Осадок не должен попасть в склянку.



7. Провести визуальное колориметрирование пробы. Для этого нужно поместить склянку на белое поле контрольной шкалы и, освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определить ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрат-анионов в мг/л.

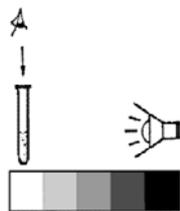
Оборудование и реактивы для определения содержания нитритов: ножницы, пробирка колориметрическая с меткой «5 мл», реактив Грисса в капсулах по 0,05 г.

Порядок выполнения работы:

1. Налить анализируемую воду в колориметрическую пробирку до метки «5 мл».

2. Добавить в пробирку содержимое одной капсулы реактива Грисса (0,05 г). Перемешать содержимое пробирки встряхиванием до растворения смеси.

3. Оставить пробирку на 20 мин для завершения реакции.



4. Провести визуальное колориметрирование. Окраску раствора в пробирке на белом фоне сравнить с контрольной шкалой образцов окраски и определить соответствующее значение концентрации нитрит-анионов в мг/л.

Оборудование и реактивы для определения содержания ортофосфатов: мерная склянка с делением «20 мл» с пробкой, пипетки-капельницы (2 шт.), шприц-дозатор, раствор для связывания нитритов, раствор молибдата, раствор восстановителя.

Соблюдайте правила безопасности при работе в лаборатории: раствор молибдата содержит серную кислоту, раствор восстановителя – соляную.

Порядок выполнения работы:

1. Приготовить растворы для связывания нитритов и восстановителя (приложение А).

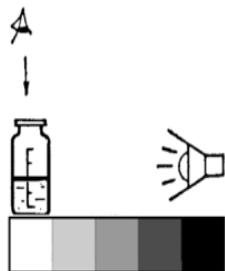
2. Ополоснуть мерную склянку анализируемой водой несколько раз. Отобрать в нее 20 мл профильтрованной (или отстоявшейся) пробы.

3. Добавить к пробе пипеткой-капельницей 10 капель раствора для связывания нитритов. Шприцем-дозатором добавить 1 мл раствора молибдата. Склянку закрыть пробкой, встряхнуть для перемешивания раствора.

4. Оставить пробу на пять минут для полного протекания реакции.

5. Добавить к пробе пипеткой-капельницей две-три капли раствор восстановителя. Склянку закрыть пробкой и встряхнуть для перемешивания раствора. При наличии в воде ортофосфатов раствор приобретет синюю окраску.

6. Оставить пробу на 5 мин для полного протекания реакции.



7. Провести визуальное колориметрирование пробы. Окраску раствора в пробирке на белом фоне сравнить с контрольной шкалой образцов окраски и определить соответствующее значение концентрации ортофосфатов в мг/л.

Результаты всех измерений оформляют в виде протокола.

Справочные сведения

Биогенными элементами считаются элементы, входящие в значительных количествах в состав живых организмов. К биогенам относят соединения азота, фосфора, серы, кальций, магний, натрий и др.

Катионы *аммония* являются продуктом микробиологического разложения белков животного и растительного происхождения, поэтому аммоний и его соединения в небольших количествах могут присутствовать в природных водах.

Аммонийные соединения в значительных количествах указывают на загрязнение хозяйственно-фекальными стоками, нерациональное использование удобрений в сельском хозяйстве. Установлены предельно допустимые концентрации (ПДК) аммиака и аммония в водных объектах, лимитирующий показатель вредности – общесанитарный.

Нитраты – соли азотной кислоты, обычно присутствуют в воде. В поверхностных водах они находятся в растворенной форме, их концентрация подвержена сезонным колебаниям. Присутствие нитрат-аниона в природной воде в значительных количествах указывает на загрязнение промышленными и хозяйственно-бытовыми сточными водами, стоком с сельскохозяйственных угодий на которых применяются азотные удобрения, а также на интенсивный процесс нитрификации аммонийных ионов в водном объекте. Повышенное содержание нитратов в питьевой воде может вызвать ряд заболеваний, смертельная доза для человека составляет 8-15 г.

Нитрит-анионы являются промежуточными продуктами биологического разложения азотсодержащих органических соединений. Благодаря способности превращаться в нитраты, нитрит-анионы, как правило, отсутствуют в поверхностных водах, поэтому их повышенное содержание в пробе указывает на загрязнение воды.

Фосфор является важнейшим биогенным элементом. Чаще всего именно он лимитирует развитие продуктивности водоемов. Поступление избытка соединений фосфора с водосбора приводит к резкому неконтролируемому приросту растительной биомассы в водном объекте. В природных и сточных водах фосфор может присутствовать в различных видах.

Вопросы для самопроверки

1. Порядок проведения анализа на нитрат-анионы.
2. Из каких веществ и в каком порядке готовят реактив на нитрат-анионы?
3. Признак, лимитирующий содержание аммонийных соединений в природных водах.
4. Как проводят визуальное колориметрирование?
5. Порядок проведения анализа на нитрит-анионы.
6. Чем обусловлено повышенное содержание фосфора в природной воде, и к чему это может привести?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МЕТАЛЛОВ

Цель работы: изучить методы определения содержания металлов в воде.

Задание: определить содержание общего железа и алюминия в природной воде.

Методические указания по выполнению лабораторной работы

Оборудование и реактивы для определения содержания общего железа: бумага индикаторная универсальная, мерная склянка с меткой «10 мл» с пробкой, пипетка-капельница, шприц-дозатор на 2 мл с соединительной трубкой, вода дистиллированная, раствор ортофенантролина (0,1 %-ный), раствор буферный ацетатный, раствор гидроксида натрия (10 %-ный), раствор соляной кислоты (1:10), раствор солянокислого гидроксиламина (10 %-ный). Порядок приготовления растворов в приложении А.

Соблюдайте в лаборатории правила безопасности, работая с растворами щелочи и кислоты.

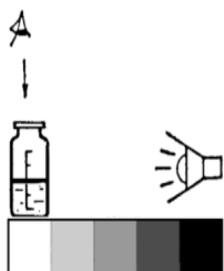
Порядок выполнения работы:

1. Отобрать в склянку анализируемую воду до метки «10 мл», предварительно ополоснув ее 2-3 раза той же водой. Используя индикаторную универсальную бумагу, определить рН среды. В зависимости от значения рН с помощью пипетки-капельницы довести рН пробы до значения 4,0-5,0 (используя растворы соляной кислоты или гидроксида натрия).

2. В склянку пипеткой-капельницей добавить четыре-пять капель раствора солянокислого гидроксиламина (около 0,2 мл). Склянку закрыть пробкой и встряхнуть для перемешивания раствора.

3. Шприцем с наконечником-пипеткой поочередно добавить 1,0 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 мл раствора орто-фенантролина (перед прибавлением каждого раствора пипетку нужно промыть, заполняя и полностью сливая дистиллированную воду). После каждого прибавления склянку нужно закрывать пробкой и встряхивать для перемешивания раствора.

4. Раствор в склянке оставить не менее чем на 15-20 мин для полного развития окраски.



5. Провести визуальное колориметрирование пробы. Окраску раствора в пробирке на белом фоне сравнить с контрольной шкалой образцов окраски и определить соответствующее значение концентрации железа общего в мг/л.

Справочные сведения

Железо – один из самых распространенных элементов в природе. Известно более 300 минералов, содержащих соединения железа (железняк, гематит, сидерит, магнитный колчедан и др.). Железо является важным микроэлементом для живых организмов, необходимым для их жизнедеятельности.

В малых концентрациях данный элемент присутствует практически во всех природных водах. Для вод всех видов водопользования содержание железа лимитируется. Превышение ПДК указывает на загрязнение сточными водами.

Железо образует два рода растворимых солей, образующих катионы Fe^{2+} и Fe^{3+} . В растворе железо может находиться во многих других формах, например, в виде коллоидных растворов, в нерастворенной форме - в виде взвешенных в воде твердых минеральных частиц различного состава. В связи с вышеизложенным, точные результаты анализа могут быть получены только при определении суммарного железа во всех его формах, т.е. *общего железа*.

Алюминий занимает третье место по содержанию в земной коре (после кислорода и кремния), относится к микроэлементам. Суточная потребность в алюминии у взрослого человека 35 – 49 мг, но, несмотря на это, ионы алюминия обладают токсичностью по отношению ко многим видам водных живых организмов и человеку. В природных водах алюминий присутствует в ионной, коллоидной и взвешенной формах, миграционная способность которых невысока, естественное содержание в водоисточниках колеблется в широких пределах от единиц до сотен мкг/л.

Вопросы для самопроверки

1. Порядок проведения анализа на содержание железа в воде.
2. Что подразумевает понятие «общее железо»?
3. Что такое визуальное колориметрирование?
4. Порядок проведения анализа на содержание алюминия в воде.

СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб.
2. ГОСТ Р 52769-2007 Вода. Определение цветности.
3. ГОСТ 27065-86 Качество вод. Термины и определения.
4. ГОСТ 25336-82 Посуда и оборудование лабораторные стеклянные. Типы, основные параметры и размеры.
5. ГОСТ 29251-91 Посуда лабораторная стеклянная. Бюретки. Часть 1. Общие требования.
6. ГОСТ 29227-91 Посуда лабораторная стеклянная. Пипетки градуированные. Общие требования.
7. ГОСТ 1770-74 Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки. Общие технические условия.
8. ГОСТ Р ИСО 5492-2005 Органолептический анализ. Словарь.
9. ИСО 5667-1-1980 Качество воды. Отбор проб. Руководство по составлению программ отбора проб.
10. Муравьев, А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами / А.Г. Муравьев. – Санкт-Петербург: «Крисмас+», 2009. – 220с.
11. РД 52.04.567-2003 Положение о государственной наблюдательной сети.

ПРИЛОЖЕНИЯ

Приложение А

Способы приготовления растворов, необходимых для проведения анализов

Наименование реактива (раствора)	Способ приготовления
<i>1</i>	<i>2</i>
Раствор индикатора метилового оранжевого (0,1%-ный)	0,1 г индикатора растворяют в 80 мл горячей дистиллированной воды, охлаждают, доводят объем раствора дистиллированной водой до 100 мл
Раствор индикатора фенолфталеина	1 г сухого препарата фенолфталеина в мерной колбе (100 мл) растворяют в 80 мл этилового спирта, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой
Раствор трилона Б (0,05 моль/л экв)	Фиксанал в ампуле (0,1 моль/к экв) переносят в мерную колбу на 2л, растворяя ее в дистиллированной воде, доводя объем до метки дистиллированной водой
Раствор α-нафтиламина	0,25 г α -нафтиламина помещают в термостойкий стакан вместимостью 75–100 мл, добавляют 20 мл дистиллированной воды и кипятят в течение 5 мин. Затем горячий водный раствор α -нафтиламина фильтруют через промытый горячей водой фильтр «белая лента» в колбу, куда предварительно помещают 150 мл раствора уксусной кислоты с концентрацией 2 моль/л эквивалента
Раствор буферный аммиачный	20 г хлорида аммония растворяют в 200–300 мл дистиллированной воды, добавляют 100 мл 25%-ного раствора водного аммиака и доводят объем раствора до 1 л дистиллированной водой
Раствор алюминона	0,5 г алюминона растворяют в 250 мл дистиллированной воды. Раствор следует использовать только через неделю после приготовления, хранят в склянке из темного стекла. Срок хранения - 3 мес.

Продолжение приложения А

<i>1</i>	<i>2</i>
Раствор буферный ацетатно-аммонийный	250 г уксуснокислого аммония $\text{CH}_3\text{COONH}_4$ растворяют в 150 мл дистиллированной воды. Добавляют 700 мл ледяной уксусной кислоты и доводят объем до 1000 мл дистиллированной водой
Раствор гидроксида натрия (10%-ный)	10 г гидроксида натрия растворяют в 90 мл дистиллированной воды. Раствор хранят в герметично закрытом полиэтиленовом сосуде
Раствор для связывания нитритов (10%-ный водный раствор сульфаминовой кислоты)	Взвешивают 10,0 г сульфаминовой кислоты, переносят в коническую колбу, добавляют 100 мл дистиллированной воды, тщательно перемешивают содержимое колбы. Раствор хранят в прохладном месте в склянке из темного стекла
Раствор индикатора хром темно-синего кислотного	0,5 г сухого препарата помещают в фарфоровую ступку и растворяют растиранием в 20 мл раствора буферного аммиачного. Смесь переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки этиловым спиртом
Раствор орто-фенантролина (0,1%-ный)	0,10 г моногидрата орто-фенантролина $\text{C}_{12}\text{H}_8\text{N}_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ растворяют в 100 мл дистиллированной воды, подкисленной тремя-четырьмя каплями соляной кислоты (1:1). Раствор хранят в темном стеклянном сосуде с притертой пробкой
Раствор молибдата аммония	25 г молибдата аммония 4-водного – аммония молибденовокислого $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ – растворяют в термостойком мерном стакане на 1000 мл в 600 мл дистиллированной воды. К этому раствору осторожно, при охлаждении, добавляют 337 мл концентрированной 98%-ной серной кислоты. После охлаждения дополняют объем раствора до 1 л дистиллированной водой. Раствор хранят в бутылки из темного стекла с притертой пробкой. Использовать через 48 ч после приготовления

Продолжение приложения А

<i>1</i>	<i>2</i>
Раствор нитрата бария, насыщенный	10,0 г азотнокислого бария растворяют при нагревании в 100 мл дистиллированной воды и охлаждают до комнатной температуры
Раствор нитрата серебра (0,05 моль/л экв.)	Раствор приготавливают из фиксаля или из препарата соли азотнокислого серебра. В последнем случае навеску 8,5 г AgNO_3 растворяют в мерной колбе в 1 л дистиллированной воды. Точную концентрацию раствора устанавливают по раствору хлорида натрия с концентрацией 0,05 моль/л, приготовленному из фиксаля. Раствор необходимо хранить в склянке из темного стекла в затемненном месте
Раствор серной кислоты (10%-ный)	В мерную колбу вместимостью 100 мл помещают 20–30 мл дистиллированной воды, постепенно, при перемешивании, добавляют пипеткой 5,4 мл концентрированной серной кислоты. Раствор перемешивают покачиванием и добавляют дистиллированную воду до метки 100 мл
Раствор соляной кислоты (0,05 моль/л экв.)	Раствор приготавливают из фиксаля, перенося содержимое ампулы «0,1 моль/л экв.» в мерную колбу на 2 л, растворяя ее в дистиллированной воде и доводя объем до метки дистиллированной водой
Раствор соляной кислоты (1:10)	К 10 мл дистиллированной воды постепенно при перемешивании добавляют 1 мл концентрированной соляной кислоты
Раствор соляной кислоты (20%-ный)	К 10 мл дистиллированной воды постепенно при перемешивании добавляют 10 мл концентрированной соляной кислоты
Раствор солянокислого гидроксиламина (10%-ный)	10,0 г солянокислого гидроксиламина ($\text{NH}_2\text{OH}\cdot\text{HCl}$) растворяют в 90 мл дистиллированной воды

Окончание приложения А

<i>1</i>	<i>2</i>
Раствор сульфата аммония	50,0 г сульфата аммония растворяют в 100 мл дистиллированной воды
Раствор сульфаниловой кислоты	0,5 г сульфаниловой кислоты растворяют в 150 мл раствора уксусной кислоты с концентрацией 2 моль/дм ³ эквивалента при перемешивании, используя магнитную мешалку
Раствор уксусной кислоты (2 моль/л экв.)	57 мл ледяной уксусной кислоты помещают в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят до метки дистиллированной водой
Раствор хлорида олова	1,95 г кристаллического невыветренного SnCl ₂ ·2H ₂ O растворяют в 50 мл 13,6%-ной соляной кислоты (к 18,4 мл 37%-ной концентрированной HCl добавляют 31,6 мл дистиллированной воды). Суспензию тщательно перемешивают, хранят в прохладном месте в склянке из темного стекла. Раствор устойчив в течение 1 года
Раствор хромата калия (10%-ный)	10,0 г K ₂ CrO ₄ растворяют в 90 мл дистиллированной воды
Цинка порошок	0,30 г порошка цинка растирают в фарфоровой ступке с 30,0 г хлорида калия
Реактив на нитрат-анионы	С помощью градуированных пробирок отмеряются равные объемы растворов анафтиламина и сульфаниловой кислоты и смешиваются во флаконе для приготовления реактива на нитрат-анионы. Реактив готовится в количествах, необходимых для проведения анализа, и используется в день приготовления

Типы проб, методы отбора и их преимущественное использование

Тип пробы	Область применения
1	2
1. Точечные пробы	<p>Отбор точечных проб применяют, когда поток воды не однороден; значения определяемых показателей непостоянны; использование составной пробы делает неясными различия между отдельными пробами; при исследовании возможного наличия загрязнения или для определения времени (в случае автоматического отбора проб) его появления, а также при проведении обширной программы отбора проб.</p> <p>Точечные пробы предпочтительнее, если цель программы отбора проб - оценить качество воды по отношению к нормативам содержания (предельно допустимых концентраций) показателей в воде, установленных в НД, а также рекомендуются для определения неустойчивых показателей (концентрация растворенных газов, остаточного хлора, растворимых сульфидов и др.)</p>
Периодический отбор	
- времязависящие	Пробы отбирают в одну или более емкостей. За фиксированное время в каждую емкость для отбора проб отбирается один и тот же установленный объем.
- потокозависящие	Пробы различных объемов берутся за постоянные интервалы времени, объем зависит от потока. Метод отбора применяют, если изменения в составе воды и скорость потока не взаимосвязаны
- объемозависящие	Для каждой единицы объема потока воды проба берется независимо от времени. Метод отбора применяют, если изменения в составе воды и скорость потока не взаимосвязаны
Непрерывный отбор	
- пробы, отобранные при постоянной скорости потока	Пробы позволяют получить все сведения о показателях воды за период отбора проб, но во многих случаях не обеспечивают информацией о различиях в концентрациях определяемых показателей
- пробы, отобранные при непостоянной скорости потока	Пробы отбирают пропорционально потоку воды. Метод используют при определении состава большого объема воды.

Окончание приложения Б

<i>1</i>	<i>2</i>
Отбор проб сериями	
- пробы глубинного профиля	Серия проб воды, отобранных на различных глубинах исследуемой воды в конкретном месте
- пробы профиля площади	Серия проб воды, отобранных на определенной глубине исследуемой воды в различных местах
2. Составная проба	Составная проба может быть получена вручную или автоматически независимо от метода отбора проб (например, непрерывно взятые пробы могут быть соединены вместе для получения составных проб). Составные пробы применяют в случаях, когда требуются усредненные данные о составе воды
3. Пробы большого объема	Пробы объемом от 50 дм ³ до нескольких кубических метров. Пробу отбирают в емкость (цистерну) пропусканием измеренного объема через фильтр в зависимости от определяемого показателя. Сточная вода, для которой режим отбора проб предусматривает возврат в основную часть исследуемой воды, из которой отбирают пробы, должна возвращаться достаточно далеко от точки отбора проб, чтобы она не могла влиять на воду, из которой отбирают пробы

Методы хранения и консервации проб

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимально рекомендуемый срок хранения	Место проведения определений показателя	Примечание
1	2	3	4	5	6
Водородный показатель	Полимерный материал или стекло	-	-	На месте отбора проб	Определение желательно проводить как можно скорее
		Транспортирование при температуре ниже температуры отбора проб	6 ч	Лаборатория	
Цветность	Полимерный материал или стекло	-	-	На месте отбора проб	-
		Охлаждение до 2 - 5 °С и хранение в темном месте	24ч	Лаборатория	-
Мутность	Полимерный материал или стекло	-	24ч	Лаборатория	-
Запах	Стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	6 ч	Лаборатория	Допускается определять на месте отбора проб
Привкус	Стекло	-	2 ч	Лаборатория	Определение проводят при отсутствии подозрений на бактериальное загрязнение и отсутствие веществ в опасных концентрациях

Продолжение приложения В

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
Гидрокарбонаты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	-
Кислотность и щелочность	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб
Жесткость общая	Полимерный материал или стекло	-	24 ч	Лаборатория	Допускается хранение в течение 48 ч, кроме проб с удельной электропроводностью более 70 мСм/м. Не допускается применять серную кислоту
Сульфаты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	7 сут	Лаборатория	Для предотвращения возможного образования сероводорода в пробу сточной воды добавляют пероксид водорода. Для проб с БПК более 200 мг/дм ³ вместо пероксида водорода добавляют соляную кислоту
Хлориды	Полимерный материал или стекло	-	1 мес.	Лаборатория	-

Окончание приложения В

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>	<i>4</i>	<i>5</i>	<i>6</i>
Аммиак и ионы аммония (суммарно)	Полимерный материал или стекло	Подкисление серной кислотой до pH менее 2, охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	-
		Охлаждение до 2 - 5 °С	6 ч	Лаборатория	-
Нитраты	Полимерный материал или стекло	Подкисление до pH менее 2 или охлаждение до 2 - 5 °С или добавление 2 - 4 см ³ хлороформа и охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	Не допускается применение азотной кислоты
		Фильтрация через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и охлаждение до 2 - 5 °С	48 ч	Лаборатория	Для грунтовых и поверхностных вод
Нитриты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	Не допускается применение азотной кислоты
Фосфор (суммарно)	Стекло	Охлаждение до 2 - 5 °С	24 ч	Лаборатория	При определении низких концентраций рекомендуется применение емкостей из йодинизированного стекла
Железо (суммарно)	Полимерный материал или боросиликатное стекло	Подкисление до pH менее 2	1 мес.	Лаборатория	Рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых показателей

Пример оформления акта отбора проб воды

ФГБОУ ВО
«Калининградский государственный технический университет»
г.Калининград, Советский пр., 1

Лаборатория кафедры водных ресурсов и водопользования

Акт №__
отбора проб

Цель отбора _____

Дата отбора _____ время отбора _____

Метод отбора _____

Климатические условия при отборе проб _____

Вид пробы (разовая, средняя и т.п.) _____

Методы консервации _____

Условия транспортировки, хранения _____

Адрес, наименование лаборатории _____

Дата доставки _____ время доставки _____

Номер пробы	Наименование объекта (скважина, водный объект, колодец и т.п.)	Место отбора, глубина отбора	Объем пробы	Примечание
1	2	3	4	5

Должность лица, производившего отбор _____

Ф.И.О. и подпись

ПРОТОКОЛ

исследования качества воды

Наименование источника (водоема) _____

Место взятия пробы _____

(место нахождения водоисточника, № скважины)

Кем взята проба _____

Дата и время отбора _____

Дополнительные сведения (для подземных источников: водоносный горизонт; для водопроводных вод из поверхностных источников: технология водоподготовки)

Условия хранения пробы (продолжительность, температура) _____

Условия доставки _____

Дата и время проведения анализа _____

ПОКАЗАТЕЛЬ	Ед. измерения	СанПиН 2.1.4.1074-01	Директива Совета 98/83/ЕС	Швейцария, Вода высш. кач.	Опытные данные

Ф. И. О., должность специалистов, проводивших исследования:

Дата выполнения анализа « ____ » _____ г.

З а к л ю ч е н и е

Руководитель лаборатории _____

Словарь терминов

№ п/п	Термин	Определение
1	2	3
1	Буферные растворы	Растворы, способные поддерживать постоянство значения характеристики при изменении состава раствора
2	Взвешенные вещества в воде	Вещества, выделенные из воды путем фильтрования и (или) центрифугирования
3	Жесткость воды	Свойство воды, обусловленное присутствием в ней ионов кальция и магния
4	Качество воды	Характеристика состава и свойств воды, определяющая пригодность ее для конкретных видов водопользования
5	Колориметрический метод	Метод, основанный на определении концентрации вещества путем измерения интенсивности окраски, изменившей первоначальную окраску пробы
6	Консервация пробы воды	Добавление химического вещества и (или) изменение физических условий для уменьшения возможных искажений определяемых показателей в период между моментом отбора пробы воды и ее исследованием
7	Контроль качества воды	Проверка соответствия показателей качества воды установленным нормам и требованиям
8	Минерализация воды	Суммарная концентрация анионов, катионов и недиссоциированных растворенных в воде неорганических веществ, выражающаяся в $\text{g} \cdot \text{dm}^{-3}$
9	Мутность воды	Показатель, характеризующий уменьшение прозрачности воды в связи с наличием тонкодисперсных взвешенных частиц

Продолжение приложения Ж

<i>1</i>	<i>2</i>	<i>3</i>
10	Нормы качества воды	Установленные значения показателей качества воды для конкретных видов водопользования
11	Общее содержание примесей в воде	Общее количество растворенных и взвешенных веществ в воде
12	Питьевая вода	Вода, по качеству в естественном состоянии или после подготовки отвечающая гигиеническим нормативам и предназначенная для удовлетворения питьевых и бытовых потребностей человека либо для производства продукции, потребляемой человеком
13	Порог восприятия запаха воды	Минимальный уровень запаха воды, различимый ольфакторными органами человека.
14	Проба воды	Определенный объем воды, отобранный для исследования ее состава и свойств
15	Пробоотборник	Устройство, используемое для отбора проб воды
16	Прозрачность воды	Показатель, характеризующий способность воды пропускать световые лучи
17	Сточные воды	Воды, отводимые после использования в бытовой и производственной деятельности человека
18	Титриметрические методы анализа	Методы, основанные на определении концентрации растворенных в воде веществ путем измерения объемов реагирующих с определяемым компонентом растворов, имеющих точно известную концентрацию
19	Точка отбора пробы воды	Зафиксированное местоположение отбора пробы воды

1	2	3
20	Фотометрический метод анализ	Колориметрический метод анализа, в котором с помощью прибора фотоэлектроколориметра измеряется оптическая плотность проб, по величине которой с использованием градуировочной характеристики определяется концентрация растворенного компонента.
21	Химический состав воды	Совокупность находящихся в воде веществ в различных химических и физических состояниях
22	Цветность воды	Показатель, характеризующий интенсивность окраски воды
23	Эталонный раствор	Искусственно приготовленный раствор компонента в воде, предназначенный для воспроизводства состава воды либо ее свойств

Учебное издание

Наталья Равиловна Ахмедова

ВОДОПОДГОТОВКА И ОЧИСТКА СТОЧНЫХ ВОД

Редактор Г.А. Смирнова

Подписано в печать 10.10. 2016 г. Формат 60x90 (1/16). Уч.-изд. л. 2,6.

Печ. л. 3,6. Тираж 30 экз. Заказ № 72.

Издательство федерального государственного бюджетного
образовательного учреждения высшего образования
«Калининградский государственный технический университет»
236022, Калининград, Советский проспект, 1