

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

БРАТСКИЙ ЦЕЛЛЮЛОЗНО-БУМАЖНЫЙ КОЛЛЕДЖ

ФЕДЕРАЛЬНОГО ГОСУДАРСТВЕННОГО БЮДЖЕТНОГО
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОГО УЧРЕЖДЕНИЯ
ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«БРАТСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Специальность 13.02.02

Теплоснабжение и теплотехническое оборудование

МЕТОДИЧЕСКОЕ ПОСОБИЕ

ПО ВЫПОЛНЕНИЮ ЛАБОРАТОРНЫХ РАБОТ

по МДК 05.02 СПЕЦТЕХНОЛОГИЯ

*для студентов специальности 13.02.02 Теплоснабжение и
теплотехническое оборудование*

Братск 2023

Составила (разработала) Долотова И.В., преподаватель кафедры ЭиСД (энергетических и строительных дисциплин)

Данное методическое пособие разработано для студентов специальности 13.02.02 Теплоснабжение и теплотехническое оборудование по МДК.05.02 «Спецтехнология».

В методическом пособии по выполнению лабораторных работ содержит:

- правила техники безопасности в химической лаборатории;
- правила поведения при несчастных случаях;
- требования оформления отчета;
- перечень химических реактивов для проведения лабораторных работ;
- методики выполнения лабораторных работ.

Материал подобран таким образом, что может быть использован студентами при подготовке к лекциям и к сдаче квалификационного экзамена, при написании отчета по учебной практике.

Рассмотрено на заседании кафедры ЭиСД

«02» ноября 2023 г.



(подпись зав. кафедрой)

Содержание

Введение	4
1 Правила техники безопасности	5
2 Содержание рабочего места	6
3 Правила поведения при несчастных случаях	7
4 Требования к оформлению отчета	8
5 Лабораторная работа № 1 «Работа с химической посудой»	9
6 Лабораторная работа № 2 «Определение общей жесткости природной воды»	17
7 Лабораторная работа № 3 «Определение ионов кальция и магния в природной воде»	22
8 Лабораторная работа № 4 «Определение содержания в воде растворенных газов»	27
9 Лабораторная работа № 5 «Определение окисляемости воды»	31
10 Лабораторная работа № 6 «Определение содержания хлорид-ионов в воде»	35
11 Лабораторная работа № 7 «Определение сульфат-ионов в воде»	38
12 Лабораторная работа № 8 «Определение кислотности и щелочности воды»	45
13 Лабораторная работа № 9 «Определение взвешенных в воде веществ»	51
14 Лабораторная работа № 10 «Определение остаточного хлора в воде после обеззараживания»	54
Приложение А	58

Введение

В данном методическом пособии для выполнения лабораторных работ по МДК.05.02 «Спецтехнология» студенты специальности 13.02.02 знакомятся с приемами определения основных показателей качества воды, правилами обработки результатов и правилами безопасной работы в химической лаборатории.

Целью данного методического пособия является приобретение определенных навыков при оценке качества исследуемой воды на соответствие нормативным характеристикам ГОСТа. Эта задача может быть успешно решена только в том случае, если лабораторные работы выполняются с достаточным пониманием сущности способов и методов определения. Поэтому подготовка к выполнению лабораторной работы является одним из важнейших этапов.

Таблица 1 – Общие и профессиональные компетенции при освоении данного методического пособия

Код	Наименование результата обучения
ОК 01	Выбирать способы решения задач профессиональной деятельности, применительно к различным контекстам
ОК 02	Использовать современные средства поиска, анализа и интерпретации информации и информационные технологии для выполнения задач профессиональной деятельности
ОК 03	Планировать и реализовывать собственное профессиональное и личностное развитие, предпринимательскую деятельность в профессиональной сфере, использовать знания по финансовой грамотности в различных жизненных ситуациях.
ОК 04	Эффективно взаимодействовать и работать в коллективе и команде
ПК 5.3	Контролировать состав и свойства фильтрующих материалов
ПК 5.4	Контролировать процессы механической и химической очистки воды

Для выполнения лабораторных работ студентам выдаются необходимые методические указания, необходимые справочные и нормативные материалы, а так же инструкции по работе на приборах.

От правильной организации работы и рабочих мест в химической лаборатории, использования современных аналитических приборов, высококачественных химических реактивов и новейших методик анализа, а также от профессиональной подготовки аналитика во многом зависит качество проводимых анализов.

1 Правила техники безопасности и основные правила работы в лаборатории

Студент допускается к работе в лаборатории только после инструктажа по технике безопасности, что подтверждается росписью студента и лица, проводившего инструктаж, в специальном журнале.

Все студенты, прошедшие инструктаж, должны строго придерживаться правил техники безопасности. За несоблюдение правил установлена ответственность в административном или судебном порядке.

Работа студента в лаборатории разрешается в часы, отведенные по расписанию, а также в дополнительное время, согласованное с преподавателем, под наблюдением преподавателя или лаборанта.

Запрещается принимать пищу в лаборатории, пробовать на вкус химические вещества, оставлять какие-либо реактивы в посуде без соответствующей надписи.

Все растворы, не подлежащие сливу в канализацию (органические растворители, соли ртути и серебра, легковоспламеняющиеся жидкости, концентрированные кислоты и щелочи и т. д.), следует выливать в особые банки для слива, получив указания лаборанта.

Концентрированные кислоты и щелочи, сильнодействующие реактивы (бром и др.) надо хранить в вытяжном шкафу под тягой на подносе и не выносить их оттуда.

При всех работах с едкими веществами (кислоты, щелочи и др.) необходимо соблюдать максимальную осторожность, имея в виду, что несчастные случаи всегда происходят в результате неосведомленности, невнимательности или небрежности работающего.

Беря вещество для опыта, следует внимательно прочитать этикетку и проверить содержимое по качественным признакам (цвет, запах, консистенция и др.).

При попадании едкого вещества на стол или на пол следует это место сразу же засыпать песком, затем песок собрать и вынести из помещения. Облитое кислотой место промыть раствором соды.

Реакции, которые могут сопровождаться сильным разогревом (растворение кислот, щелочей), следует проводить только в посуде из химического стекла, а не в толстостенной посуде. При этом реакционный сосуд помещают в кристаллизатор.

Засасывать едкие жидкости в пипетку необходимо только с помощью груши или пневмонасоса, а не ртом.

Нагревать растворы на плитке следует только в посуде из химического стекла без пробки. При этом посуда должна быть сухой снаружи. Брать нагретые предметы необходимо с помощью полотенца или специальных напальчников.

2 Содержание рабочего места

Рабочее место студента – лабораторный стол, оборудованный полками и ящиками для хранения реактивов и посуды и оснащенный подводкой электричества, воды и т. п.

Приступая к выполнению работы, студент должен внимательно прочесть ее описание и в соответствии с ним подготовить необходимую посуду и реактивы, расположив их так, чтобы удобно было ими пользоваться. Все лишнее следует убрать на полки или в ящики стола.

Одно из условий получения правильных результатов – чистота рабочего места, так как даже небольшие загрязнения посуды или реактивов могут значительно исказить полученные данные. Случайно разлитое на стол вещество нужно немедленно убрать, а стол хорошо вымыть.

По окончании работы растворы, которые еще понадобятся, следует убрать в ящик, а приборы выключить и зачехлить, после чего сдать рабочее место дежурному по группе или лаборанту. Использованные растворы и реактивы по указанию лаборанта нужно слить, посуду освободить, вымыть и убрать на место, где она должна храниться.

3 Правила поведения при несчастных случаях

При ожоге концентрированными кислотами необходимо промыть обожженное место струей воды, а затем — 2 - 3%-ным раствором соды.

При ожоге едкими щелочами пострадавшее место промыть водой до полного удаления щелочи, а затем — 2 - 3%-ным раствором борной или уксусной кислоты. При химических ожогах глаза необходимо осторожно промыть водой и оказать первую медицинскую помощь пострадавшему (при необходимости вызвать «Скорую помощь» по телефону 103).

При термических ожогах необходимо обработать обожженное место мазью или 7%-ным раствором перманганата калия и наложить повязку. При необходимости отправить пострадавшего в медпункт.

При порезах стеклом место пореза осторожно протереть ватой, смоченной йодистой настойкой (предварительно убедитесь в том, что в ране нет осколков стекла), а затем, приложив к ране вату, забинтовать. При серьезных травмах пострадавшего отправить в медпункт.

В случае воспламенения одежды необходимо немедленно набросить на пострадавшего халат или одеяло, сбив пламя.

При возникновении пожара в лаборатории необходимо сразу же отключить вентиляцию и электроэнергию. Принять все меры к ликвидации очага загорания. При необходимости воспользоваться огнетушителями или вызвать пожарную команду (телефон 101 или 112).

4 Требования к оформлению отчета

Записывается номер, название работы и дата выполнения.

В начале отчета формулируется цель и задачи работы.

Небольшое теоретическое введение в работу, вскрывающее суть работы.

Таблицы непосредственных измерений или экспериментальных данных, причем все таблицы должны быть озаглавлены, например, «Таблица 1 – Результаты измерения...».

Расчетные формулы, как в символьном виде, так и с подставленными числами.

Выводы. В выводах должны быть проанализированы полученные результаты и дано заключение об их соответствии нормативным характеристикам ГОСТа.

Отчет по работе выполняется в тетради для лабораторных работ и сдается преподавателю на проверку.

Таблица 2 – Перечень лабораторных работ

№ лабораторной работы	Наименование лабораторной работы
№ 1	Работа с химической посудой
№ 2	Определение общей жесткости природной воды
№ 3	Определение ионов кальция и магния в природной воде
№ 4	Определение содержания в воде растворенных газов
№ 5	Определение окисляемости воды
№ 6	Определение содержания хлорид-ионов в воде
№ 7	Определение сульфат-ионов в воде
№ 8	Определение кислотности и щелочности воды
№ 9	Определение взвешенных в воде веществ
№ 10	Определение остаточного хлора в воде после обеззараживания

5 Лабораторная работа № 1 «Работа с химической посудой»

Цель работы: ознакомиться с мерной посудой, освоить технику работы с мерными колбами, бюретками, мерными пипетками.

5.1 Мерная посуда

К мерной лабораторной посуде, применяемой в количественном анализе, относятся мерные колбы, бюретки, мерные пипетки, мерные цилиндры и мензурки.

Мерные колбы служат для измерения точных объемов, рассчитанных на вливание, и приготовления растворов точной концентрации. Также их используют для точного разбавления (разведения) растворов. Мерные колбы представляют собой круглые плоскодонные сосуды с длинным узким горлышком. На боковой поверхности колбы обозначены ее объем (соответствующий кольцевой метке на горлышке) и температура, при которой измерялась вместимость. Мерные колбы изготавливаются объемом от 25 мл до 2 л. При пользовании мерной колбой необходимо:

- держать ее только за горлышко и выше кольцевой метки;
- располагать перед собой при измерении так, чтобы кольцевая метка находилась на уровне глаз, сливаясь для наблюдателя в одну линию;
- окончательно уровень жидкости до кольцевой метки доводить с помощью капельной пипетки отсчитывая его по нижней части вогнутого мениска, то есть до тех пор, пока нижняя часть мениска не станет касаться метки.

После доведения уровня жидкости до метки мерную колбу закрывают пробкой и, придерживая ее, многократно перемешивают полученный раствор, переворачивая колбу вверх-вниз. В мерных колбах нельзя хранить растворы в течение продолжительного времени, а также не разрешается эти колбы нагревать!

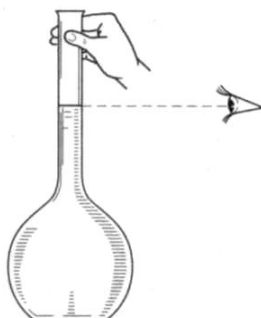


Рисунок 1 – Правильность установки мениска в мерной колбе

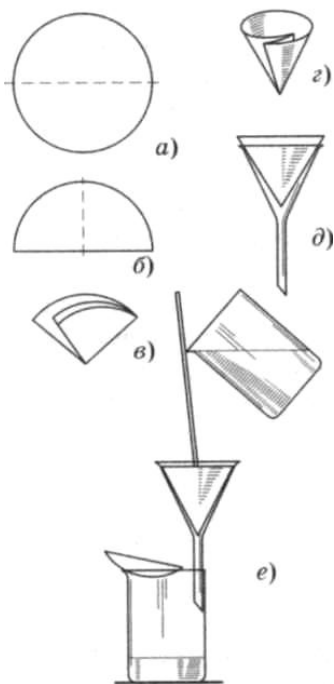


Рисунок 2 – Складывание беззольного фильтра и фильтрование через бумажный фильтр

Бюретки предназначены для точного измерения объема раствора (титра), пошедшего на титрование. Они представляют собой узкие стеклянные трубки со шкалой, калиброванной на выливание, объемом 25, 50 или 100 мл, с ценой деления 0,1 мл. Чаще всего используют бюретки объемом 25 мл. Нижняя часть бюретки закачивается суженным концом, на котором имеется либо шлифованный стеклянный кран, либо резиновая трубка с присоединенной стеклянной трубкой, оттянутой в капилляр (“носик”). Внутри резиновой трубки помещается стеклянный шарик или гладкий кусочек стеклянной палочки длиной 7–8 мм. Сжимая слегка резину сбоку в том месте, где находится шарик, дают жидкости вытекать из бюретки через образующийся при этом просвет. Объем капли жидкости, вытекающей из бюретки, зависит от диаметра отверстия капилляра и составляет 0,02 – 0,05 мл.

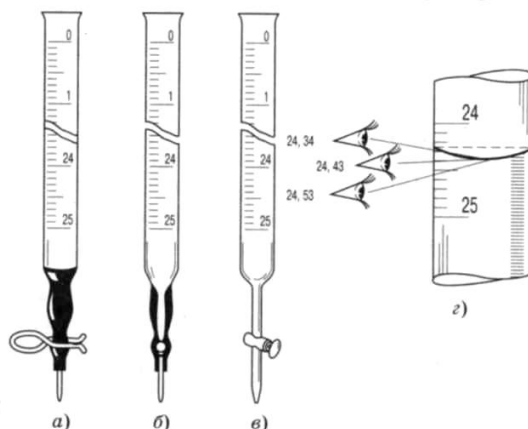


Рисунок 3 – Виды бюреток

Бюретки со стеклянными кранами используют в том случае, если в качестве титрующего раствора используется растворы агрессивных веществ, разрушающих резину. К агрессивным веществам относятся: окислители, концентрированные кислоты, щелочи, органические растворители.

Раствор в бюретку заливают через небольшую стеклянную или пластиковую воронку.

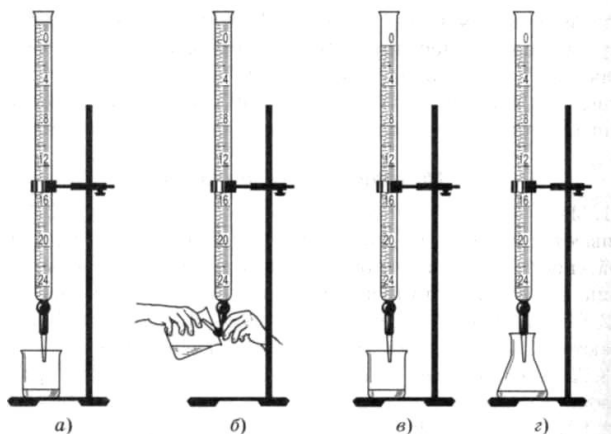


Рисунок 4 – Правила работы с бюреткой

При пользовании бюреткой необходимо:

- укрепить бюретку в штативе строго вертикально;
- наполнить бюретку раствором через воронку, после чего воронку сразу же убрать; оставлять воронку в бюретке нельзя!
- предварительно ополоснуть (2-3 раза) бюретку рабочим раствором;
- заполнить бюретку раствором выше отметки «0»;
- удалить воздух из нижнего конца бюретки («носика») и полностью заправить его раствором; для этого поднять вверх стеклянный наконечник и, оттянув резиновую трубку в месте шарика, резко опустить наконечник вниз, вытеснив из него воздушные пузырьки выливаемым раствором;
- установить уровень жидкости в бюретке на нулевое деление по нижней части вогнутого мениска (при вынутой из бюретки воронке, перед каждым титрованием!);
- при титровании опустить нижний конец бюретки (капилляр) в титровальную колбу так, чтобы он был направлен в центр колбы;
- при титровании, нажимая большим и указательным пальцами одной руки на резиновую трубку сбоку от стеклянного шарика, сливать раствор в колбу, держа ее в другой руке и постоянно перемешивая ее содержимое вращательными движениями;
- титрование прекратить, когда произойдет резкое изменение окраски раствора в титровальной колбе от приливания одной (последней) капли раствора;
- при титровании жидкость из бюретки выливать медленно (по каплям), особенно в конце титрования;
- при всех отсчетах по бюретке располагать глаза строго на уровне нижней части вогнутого мениска;

- при измерении объемов бесцветных и слабоокрашенных растворов отсчет производить по нижней части мениска, а интенсивно окрашенных или мутных – по верхней. Для удобства перемешивания колбу с титруемым раствором обычно держат ведущей рукой;

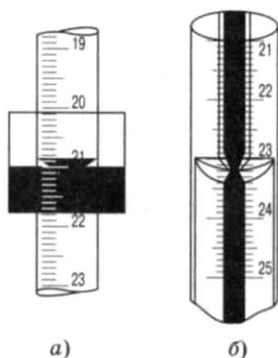


Рисунок 5 – Измерение объема раствора в бюретке

- измеренные с помощью бюретки объемы раствора записывать с точностью до 0,01 мл (например, 10,40 мл, а не 10,4), оценивая сотые доли миллилитра на глаз; для повышения точности отсчета можно производить на фоне белого экрана из бумаги или картона;

- по окончании работы раствор вылить из бюретки, промыть ее водопроводной водой и ополоснуть дистиллированной водой; в нерабочем состоянии бюретка должна быть заполнена дистиллированной водой!

Мерные пипетки используются для точного отмеривания порций растворов требуемого объема. Традиционные стеклянные пипетки бывают двух типов: на фиксированный объем и градуированные. Пипетки первого типа (пипетки Мора) представляют собой длинные узкие трубки с расширением в середине и оттянутым в капилляр нижним концом, в верхней узкой части имеют кольцевую метку, до которой их заполняют жидкостью. Пипетки Мора изготавливают объемом от 1 до 100 мл.

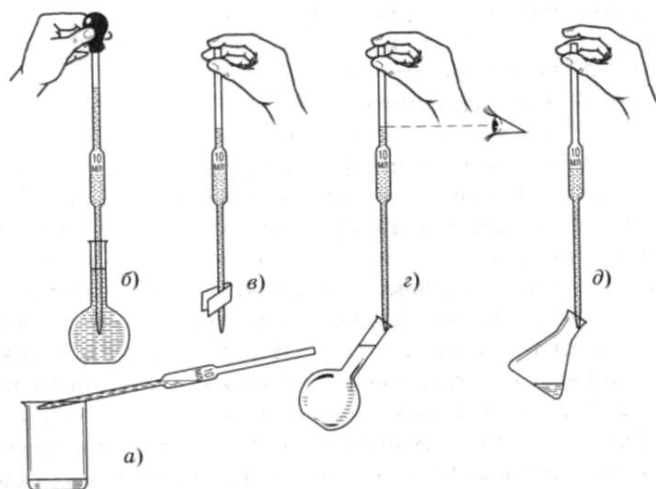


Рисунок 6 – Правила работы с пипеткой

Градуированные пипетки похожи на бюретки и имеют измерительную шкалу, калиброванную на выливание или наполнение. При пользовании пипеткой необходимо:

- предварительно дважды ополоснуть ее исследуемым раствором для удаления капель воды. Для этого поместить нижний конец пипетки в раствор и втянуть его резиновой грушей до расширенной части пипетки. Концентрированные растворы кислот и щелочей, а также растворы летучих, едких или ядовитых веществ следует набирать в пипетку только с помощью резиновой груши! Затем закрыть верхний конец пипетки указательным пальцем и, держа над раковиной (стаканом), придать пипетке горизонтальное положение. Вращая пипетку, смочить ее внутреннюю поверхность, а затем слить жидкость через нижний конец в раковину (стакан).

- для отбора точно отмеренной порции анализируемого раствора — глубоко погрузить нижний конец пипетки в жидкость и использовать указанный выше прием, но втянуть жидкость до уровня немного выше кольцевой метки пипетки (примерно на 2 – 3 см).

- быстро закрыть верхнее отверстие пипетки слегка влажным (не мокрым!) указательным пальцем, вынуть пипетку из раствора.

- немного ослабив нажим пальца, позволить жидкости медленно стекать, пока нижняя часть мениска не коснется метки (глаза следует располагать строго на уровне метки), а затем палец снова прижать. Пипетка должна находиться строго в вертикальном положении.

- жидкость из пипетки выпустить в заранее приготовленный для этой цели сосуд (титровальную колбу). Для этого держа сосуд в наклонном положении, прислонить нижний конец пипетки к внутренней стенке сосуда и открыть верхний конец пипетки. После вытекания жидкости подождать несколько секунд (10 – 15 сек.). Оставшуюся в пипетке часть раствора выдувать или стряхивать в титровальную колбу нельзя!

- по окончании работы пипетку промыть и поместить в специальный штатив для хранения.

Мерные цилиндры и мензурки служат для приблизительного измерения объемов вспомогательных растворов, приготовления растворов неточной концентрации. Мерные цилиндры и мензурки непригодны для точного измерения объемов! Цилиндры могут быть калиброваны одновременно на вливание (снизу вверх) и на выливание (сверху вниз).

5.2 Мытье посуды

При работе в химической лаборатории умение мыть посуду является необходимостью. Это та часть лабораторной техники, знание которой обязательно для каждого. Химическая посуда должна быть абсолютно чиста. Без этого условия работать нельзя. Чистота посуды, в которой производится тот или иной опыт, важна как для аналитиков, так и для экспериментаторов и исследователей.

Существует несколько способов мытья.

а) Мытье водой. В тех случаях, когда химическая посуда не загрязнена осмолем, жировыми и другими, не растворяющимися в воде веществами, посуда может мыться теплой водой. Для этой цели в каждой лаборатории

должна быть горячая вода. Хорошо вымытая в теплой воде посуда *обязательно 2-3 раза споласкивается дистиллированной водой*. Для чего это делается?

Дело в том, что водопроводная вода содержит растворенные в ней соли. Если ограничиться мытьем только такой водой, то посуда не будет химически чистой. В этом легко убедиться, дав, например, высохнуть колбе, вымытой водопроводной водой. В тех местах, где были капли воды, всегда будет белый налет солей. Поэтому-то для удаления этих солей нужно несколько раз сполоснуть дистиллированной водой. Когда же посуда считается чистой? Посуда *считается чистой* тогда, когда, сполоснув последний раз водой и перевернув ее, *не увидим на стенках приставших капель*. Если посуда чиста, вода стекает с нее, не оставляя капель.

Если на стенках пробирки, например, имелся налет каких-либо солей, какой-нибудь осадок, то для удаления его пробирку нужно очистить специальной щеткой (ершом) и уже затем домыть.

б) Хромовая смесь. Очень часто в лабораториях для мытья посуды применяется хромовая смесь. Применение ее основывается на том, что *хромовокислые соли в кислом растворе являются сильными окислителями*. Обычно для приготовления хромовой смеси берут купоросное масло, добавляют в него около 5% (от веса купоросного масла) кристаллического размельченного в ступке в порошок двуххромовокислого калия и осторожно нагревают в фарфоровой чашке на водяной бане до тех пор, пока весь двуххромовокислый калий не перейдет в раствор. Почти во всех случаях, когда посуда не поддается обычному мытью и при ополаскивании на стенках образуются капли, употребляется слегка подогретая хромовая смесь. Последняя наливается в загрязненную посуду, сполоснутую вначале водой, до 1/3 - 1/4 объема, и ею осторожно и медленно обливают стенки сосуда. После этого хромовая смесь выливается обратно в тот же сосуд, в котором она хранится, причем при сливании ее моющаяся посуда поворачивается, чтобы хромовая смесь обмыла также и края, обычно больше всего загрязненные. Слив всю смесь, ее смывают не сразу, а дают посуде постоять одну или полторы минуты. Обмывание посуды после хромовой смеси производится сначала обыкновенной, лучше теплой, водой, а уже затем споласкивают дистиллированной водой. Иногда эту операцию с хромовой смесью приходится проделывать не один раз. Раз приготовленная хромовая смесь служит довольно долго. После длительного употребления ее цвет из темно-оранжевого переходит в темно-зеленый, что и служит признаком ее дальнейшей непригодности для мытья. Как правило, в лаборатории всегда должен быть запас хромовой смеси.

Нужно всегда помнить, что *хромовая смесь очень сильно действует на животную и растительную ткань*, и поэтому обращаться с ней следует *осторожно*.

Иногда приходится мыть такую химическую посуду (пипетки и пр.), наливать в которую хромовую смесь очень трудно. Неопытные или крайне неосторожные работники набирают хромовую смесь в пипетку ртом, что часто приводит к ожогам полости рта и портит зубы. Чтобы избежать этого, поступают следующим образом. Для этой цели можно приспособить баллон от пульверизатора (или спринцовку с проделанным в нижней части отверстием).

На баллон надевается резиновая трубка, на конец которой насаживается пипетка. Сжав рукой баллон, чтобы выгнать из него воздух, и закрыв большим пальцем отверстие для поступления воздуха, пипетку опускают в хромовую смесь.

Одновременно с этим постепенно разжимают руку (большой палец с отверстия не снимать), благодаря чему внутри пипетки образуется разрежение и хромовая смесь начинает подниматься в пипетку. Набрав полную пипетку и продержав ее наполненной хромовой смесью одну-две минуты, отнимают большой палец от отверстия груши и дают жидкости стечь. Повторив несколько раз эту операцию, дальше пипетку моют, как обычно.

Хромовая смесь *не применяется*, если посуда загрязнена такими веществами, как парафин, керосин, воск, минеральные масла и вообще продукты перегонки нефти. В этих случаях применяется мытье паром или органическими растворителями. Все нефтепродукты растворимы в бензине, а воск - в других органических растворителях.

в) Серная кислота и щелочь. Когда посуда загрязнена осмолем, который не растворяется в воде, а также в тех случаях, когда в лаборатории не имеется готовой хромовой смеси, посуду можно мыть, применяя крепкую серную кислоту (купоросное масло), а также и крепкий (до 40%) раствор щелочи (NaOH). Смолы по большей части растворяются или в кислоте или в щелочи, и вместо того чтобы для них тратить дорогие органические растворители, следует применять вначале или серную кислоту или щелочь. Для этой цели в посуду наливается кислота или щелочь в таком количестве, чтобы объем их равнялся объему осмола или был немного больше последнего, но так, чтобы еще можно было без риска встряхивать посуду. Когда осмола очень много, операцию приходится повторять несколько раз.

Нужно всегда помнить, что обращение с крепкой серной кислотой и крепкой щелочью должно быть *осторожным* и что *кислоту нельзя выливать в раковину*. Загрязненная осмолем серная кислота или щелочь обязательно должны сливаться в *специальную* глиняную или стеклянную банку, которая всегда должна стоять около водопроводной раковины. Но нужно помнить, что *сливать в одну банку кислоту и щелочь нельзя*, так как при этом будет происходить нейтрализация, сопровождающаяся сильным разогреванием, вследствие чего содержимое банки может выбросить.

Кроме растворов едкого натра или кали в иных случаях очень полезно пользоваться и менее крепкими щелочами, например известковым молоком. Так, посуду, загрязненную керосином, можно вычистить известковым молоком. Для этого в посуду наливается крепкий раствор известкового молока (5-10%) и энергично встряхивается. Повторив операцию 2-3 раза, очищают посуду от всяких следов керосина. Много известкового молока брать не следует. На литровую колбу достаточно взять 100-200 см³.

После обработки известковым молоком посуда моется теплой водой и дальше, как обычно.

д) Органические растворители. К числу органических растворителей относятся: серный эфир, ацетон, спирт, петролейный эфир, бензин, скипидар, четыреххлористый углерод и др. Они применяются для удаления из посуды смолистых и других органических веществ, которые не растворяются ни в воде,

ни в кислоте, ни в щелочи. Обычно известно, в каком из растворителей, указанных выше, данное вещество растворяется.

Следует всегда помнить, что большинство из указанных растворителей огнеопасно, и операции с ними должны производиться *подальше от огня*. Также нужно помнить, что не следует выбрасывать эти загрязненные органические растворители. Их нужно собирать каждый в отдельности и время от времени *регенерировать*. Регенерация состоит в том, что загрязненный растворитель отгоняется.

Ход работы:

1. Ознакомиться с мерной посудой
2. Освоить технику работы с мерными колбами, бюретками, мерными пипетками.
3. Защита работы.

Вопросы для защиты лабораторной работы № 1:

1. Мерная колба. Объяснить назначение, продемонстрировать технику работы.
2. Бюретка. Объяснить назначение, продемонстрировать технику работы.
3. Пипетка. Объяснить назначение, продемонстрировать технику работы.
4. Мерный цилиндр. Объяснить назначение, продемонстрировать технику работы.
5. Продемонстрировать технику мытья химической посуды водой. Назвать другие способы мытья посуды.

 После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

6 Лабораторная работа № 2 «Определение общей жесткости природной воды»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: Научиться определять общую, карбонатную и некарбонатную жесткость воды.

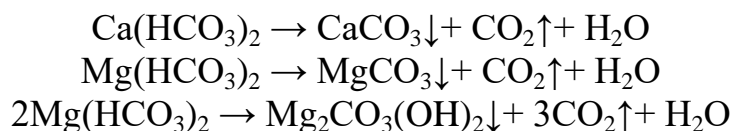
б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа; контроля и управления: режимами работы водоподготовительных установок.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

6.1 Определение общей жесткости природной воды

Жесткость воды – это показатель качества воды, зависящий от наличия в ней растворенных солей кальция и магния. Суммарное содержание этих солей называют общей жесткостью. Общая жесткость представляет собой сумму карбонатной (временной или устранимой) и некарбонатной (постоянной) жесткости.

Карбонатная жесткость обусловлена содержанием в воде гидрокарбонатов и карбонатов кальция и магния (при pH >8,3). Данный тип жесткости почти полностью устраняется при кипячении воды, так как при нагреве воды (точнее, при температуре более 60°) гидрокарбонаты распадаются с образованием угольной кислоты и выпадением в осадок малорастворимых карбонатов.



Карбонатная жесткость составляет до 70-80 % от общей жесткости. Некарбонатная жесткость обусловлена присутствием кальциевых и магниевых солей сильных кислот (серной, азотной, соляной) и при кипячении не устраняется. Устранить её можно при добавлении соды, фосфата натрия, ионообменных смол и других химикатов. Показатель жесткости выражается в мг-экв./л: 1мг-экв. жесткости соответствует содержанию 20,04 мг ионов кальция и 12,16 мг ионов магния в литре воды.

$$1 \text{ моль/м}^3 = 1 \text{ ммоль/дм}^3 = 1 \text{ мг-экв./дм}^3.$$

Величина жесткости воды зависит от типа пород и почв, образующих бассейн водозабора, а также сезона года и погодных условий.

Различные виды жесткости воды приведены в таблице 3.

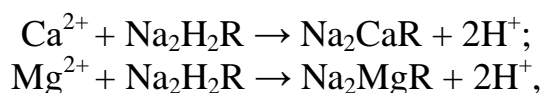
Таблица 3 – Виды жесткости воды

Вода	Жесткость, мг-экв/дм ³
Очень мягкая вода	до 1,5
Мягкая вода	от 1,5 до 4
Вода средней жесткости	от 4 до 8
Жесткая вода	от 8 до 12
очень жесткая вода	более 12

Допустимая величина общей жесткости для питьевой воды и источников централизованного водоснабжения составляет не более 7,0 мг-экв/дм³.

Высокая жесткость приводит к образованию шлаков и накипи на поверхности теплообменных аппаратов. Накипные и шламовые образования опасны для работы котельных агрегатов. В зависимости от уровня рН мягкая вода может оказывать повышенное коррозионное воздействие на водопроводные трубы.

Сущность метода. Общую жесткость определяют методом комплексометрического титрования. Сущность метода заключается в образовании прочного комплексного соединения катионов кальция и магния с трилоном Б при рН 10,0 – 10,5; в присутствии индикатора (эриохрома черного).



где R – радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Посуда, реактивы:

- мерный цилиндр на 100 мл,
- пипетки на 10, 25 мл,
- бюретка на 25 мл,
- колбы конические на 250 мл,
- 0,05 Н раствор трилона Б (комплексон Ш),
- раствор буферный аммиачный (NH₄OH + NH₄Cl),
- раствор индикатора хромоген черного специального или раствор индикатора кислотного хрома темно-синего.

Проведение анализа при отсутствии ионов Cu²⁺, Zn²⁺, Mn²⁺.

В коническую колбу вносят 100 мл анализируемой воды. Затем прибавляют 5 мл буферного раствора, 5-7 капель индикатора или 0,1 г сухой смеси индикатора хромоген черного с сухим хлористым натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком). По бюретке определяют количество раствора, израсходованное на титрование.

Расчет результатов.

Общую жесткость воды (мг-экв./дм³) вычисляют по формуле

$$X = \frac{V_{\text{ТрБ}} \cdot N_{\text{ТрБ}} \cdot K \cdot 1000}{V_A} \quad (1)$$

где $V_{\text{ТрБ}}$ – количество трилона Б, израсходованное на титрование, мл;

$N_{\text{ТрБ}}$ – нормальность раствора трилона Б;

K – поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

V_A – объем пробы воды, взятый на анализ, мл.

Проведение анализа в присутствии Cu и Zn -ионов.

Пипеткой отбирают 100 мл пробы воды и помещают ее в коническую колбу емкостью 250-300 мл. Прибавляют 1 мл 2-5% раствор сульфида натрия. При этом выпадают в осадок CuS и ZnS . Раствор Na_2S можно хранить не более двух недель в парафиновой склянке, в сосудах из полиэтилена высокого давления или органического стекла. Добавив 5 мл. аммиачного буферного раствора, 7-8 капель индикатора эрихром черный Т, титруют пробу раствором комплексона 3 до перехода окраски из красной в фиолетовую.

Проведение анализа в присутствии Mn - ионов.

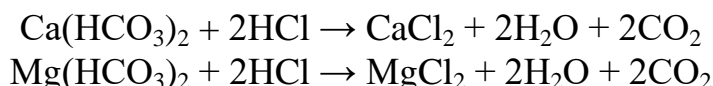
К пробе воды 100 мл., взятой для анализа, до введения реактивов (буферного раствора, индикатора) добавляют 3 капли раствора солянокислого гидроксиламина (1 г $(\text{NH}_2\text{OH})\text{HCl}$ растворяют в дистиллированной воде и доводят до объема 100 мл). При этом происходит маскировка катиона марганца. Затем в обычной последовательности прибавляют буферный раствор, индикатор и титруют раствором комплексона 3 соответствующей концентрации. Точка перехода отчетлива.

Расчет выполняют, как в предыдущих анализах.

6.2 Определение карбонатной и некарбонатной жесткости воды

Сущность метода.

Карбонатную жесткость, обусловленную присутствием в воде растворимых бикарбонатных солей кальция и магния, определяют титрованием пробы воды соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого.



Устранимую жесткость определяют по разности содержания HCO_3^- ионов до и после кипячения пробы воды.

Некарбонатную – по разности между общей жесткостью и карбонатной.

Проведение анализа.

В коническую колбу для титрования отбирают пробу анализируемой воды 100 мл и добавляют 2-3 капли метилового оранжевого и титруют 0,1Н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в устойчивую оранжевую (но не красную), не исчезающую при кипячении.

Расчет результатов:

Карбонатную жесткость в мг-экв/дм³ вычисляют по формуле

$$Ж_K = K \cdot V \quad (2)$$

где V – объем 0,1н раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование, мл;

K – коэффициент для приведения концентрации соляной кислоты к точно 0,1Н.

6.3 Определение остаточной карбонатной жесткости

Проведение анализа.

Пробу воды 200 мл кипятят в конической колбе в течении 1 часа. После охлаждения переносят ее в мерную колбу емкостью 200 мл, доводят дистиллированной водой до метки и фильтруют. В коническую колбу помещают 100 мл фильтрата и титруют 0,01Н раствором HCl в присутствии метилового оранжевого до перехода желтой окраски в устойчивую оранжевую.

Расчет результатов:

Карбонатную жесткость в мг-экв/дм³ вычисляют по формуле

$$Ж_{ост} = 0,1 \cdot K \cdot V \quad (3)$$

где V – объем 0,01н раствора кислоты, израсходованный на титрование, мл;

K – коэффициент для приведения концентрации соляной кислоты к точно 0,01Н.

По разности между всей карбонатной и остаточной жесткостью находят устранимую жесткость

$$Ж_y = Ж_K - Ж_{ост} \quad (4)$$

Некарбонатную жесткость определяют по разности между общей и карбонатной.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	Ж _{Общ} , мг-экв/дм ³	Ж _к , мг-экв/дм ³	Ж _{ост} , мг-экв/дм ³	Ж _у , мг-экв/дм ³

В конце работы сделать вывод по оценке типа жесткости данной пробы воды и о её пригодности для питья.

Примечание.

Нечеткое изменение окраски при титровании пробы воды указывает на присутствие меди и цинка. Для устранения их влияния к отмеренной для титрования пробе прибавляют 1-2 мл раствора сернистого натрия, после чего проводят испытание, как указано выше.

Если после прибавления к отмеренному объему воды, буферного раствора индикатора проба постепенно обесцвечивается (приобретает серый цвет), это указывает на присутствие марганца. В этом случае к пробе воды, до внесения реактивов, следует прибавить пять капель 1 %-ного раствора солянокислого гидроксиламина и далее определять жесткость, как указано выше.

Если при титровании, образуется неустойчивая и нечеткая окраска эквивалентной точке, то можно предположить высокую щелочность воды.

Её влияние устраняется прибавлением к пробе воды, до внесения реактивов, 0,1Н раствора соляной кислоты в количестве, необходимом для нейтрализации щелочности воды, с последующим кипячением или продуванием раствора воздухом в течение 5 мин. После этого прибавляют буферный раствор, индикатор и далее определяют жесткость, как указано выше.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

7 Лабораторная работа № 3 «Определение ионов кальция и магния в природной воде»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: Изучить различные способы умягчения воды; научиться определять ионы Ca^{2+} и Mg^{2+} в воде.

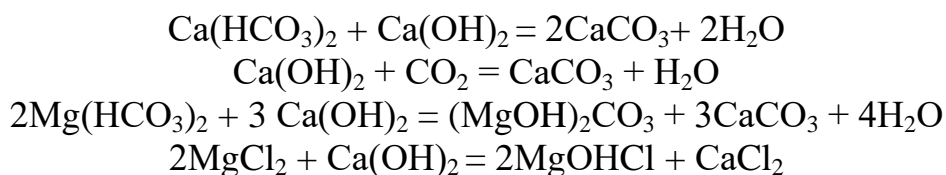
б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

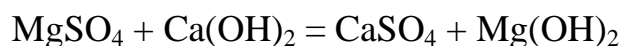
Предварительная обработка воды с целью снижения содержания жесткости называется умягчением. В практике применяют методы осаждения и ионного обмена.

7.1 Метод осаждения

При умягчении этим методом растворимые соли кальция и магния переводят действием реагентов в труднорастворимые соединения (карбонаты, фосфаты и др.). Для снижения устранимой жесткости и для предварительной обработки воды перед катионированием в неё вводят известь в виде известкового молока. При известковании наряду с уменьшением устранимой жесткости и увеличением щелочности снижается содержание свободной CO_2 , а при достаточной дозе извести магниевая жесткость заменяется эквивалентным количеством кальциевой жесткости.



При $\text{pH} > 10$ образуется гидроокись магния



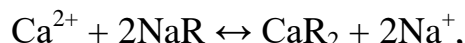
Некарбонатную жесткость устраняют, вводя карбонат натрия (соду).

На одновременной обработке воды известью и содой основан известково-содовый метод умягчения воды. Умягчение при этом достигает 200 мкг-экв/дм³. Для более глубокого умягчения (20 – 40 мкг-экв/дм³) воду дополнительно обрабатывают фосфатами.

7.2 Ионообменное умягчение воды

Основано на способности некоторых минералов, искусственно полученных неорганических материалов и синтетических полимерных смол определенного строения обменивать входящие в их состав ионы H^+ , Na^+ и др. на ионы Ca^{2+} , Mg^{2+} , содержащиеся в воде. Ионообменные материалы, способные к обмену катионов, называются катионитами, а иониты, обменивающие анионы – анионитами.

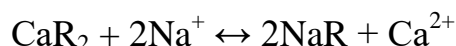
Умягчение воды происходит при опускании ее через слой катионита, содержащего ионы H^+ или Na^+ , связанные с кислотными группами. Схема процесса Na-катионирования



где R – нерастворимый анион катионита.

Ионный обмен происходит в эквивалентных количествах и является процессом обратимым. Это значит, что отработанный катионит CaR_2 , можно регенерировать, пропуская через него раствор хлористого натрия (при Na-катионировании).

Например:



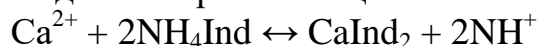
При последовательном пропускании воды через H-катионитовые и OH-анионитовые фильтры происходит обессоливание воды.

В практике водоподготовки широко используют сильнокислотный катионит марки КУ-2 (катионит универсальный). Активной группой этого катионита является сульфогруппа SO_2OH или SO_2ONa .

7.3 Определение ионов кальция в воде

Содержание ионов Ca^{2+} в природных водах подвержено значительным колебаниям – от нескольких единиц до тысячи миллиграммов на литр. Основные источники Ca^{2+} – известняковые и гипсовые породы. Ион Ca^{2+} преобладает в мало минерализованных водах. С повышением минерализации содержание Ca^{2+} резко снижается, что связано с малой растворимостью карбоната и сульфата кальция. Обычно кальций в природных водах содержится наряду с ионами в форме гидрокарбонатов, сульфатов и хлоридов. Ионы Ca^{2+} наряду с ионами Mg^{2+} обуславливают жесткость воды. Содержание Ca^{2+} находят перманганатометрическим и комплексометрическим методами.

Сущность метода. Сущность метода заключается в том, что ионы Ca^{2+} в щелочной среде образуют комплексное соединение с индикатором мурексидом, которое разрушается при титровании трилоном Б в результате образования более устойчивого комплексоната кальция. Мурексид (аммониевая соль пурпуровой кислоты) при $pH > 12$ взаимодействует по ниже приведенной схеме с ионами Ca^{2+} , образуя соединение розового цвета



Анион пурпуровой кислоты (Ind^-) лиловый.

При титровании трилоном Б соединение CaInd_2 разрушается, вместо него образуется бесцветный комплексопат CaH_2Edta . В точке эквивалентности появляется лиловая окраска, обусловленная анионами индикатора



Определению Ca^{2+} , этим методом мешают ионы K^+ , Na^+ (при значительной концентрации), Mg^{2+} , Fe^{2+} , Fe^{3+} , Al^{3+} , Mn^{2+} и др.

Мешающее влияние ионов щелочных металлов и Mg^{2+} устраняется разбавлением.

Ионы Fe^{2+} , Fe^{3+} , Cu^{2+} удаляются в форме сульфидов при введении 2-3 капель 2%-ного раствора Na_2S .

Ионы Mn^{2+} связываются солянокислым гидроксиламином, Al^{3+} - введением 0,2 г виннокислого натрия. При титровании в пробе воды должно содержаться не более 2,5 мг-экв/дм³ ионов Ca^{2+} . При большей концентрации ионов Ca^{2+} разбавляют воду.

Посуда, реактивы:

- конические колбы для титрования на 200-250 мл;
- пипетки на 3 и 50 мл;
- микробюретка;
- 0,05 Н раствор трилона Б;
- 2Н раствор NaOH ;
- мурексид – индикатор.

Водный раствор мурексида неустойчив, поэтому для определения применяется сухой индикатор.

Проведение анализа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 50 – 100 мл исследуемой воды. Прибавить 5 мл 2Н раствора NaOH для создания необходимого рН. Внести несколько крупинок мурексида (на кончике стеклянной лопаточки). После растворения индикатора раствор приобретает розовую окраску. Сразу же оттитровать пробу 0,05 н. раствором трилона Б из микробюретки, энергично помешивая до появления лиловой окраски.

Анализ рекомендуется проводить в двух пробах, причем первую после определения расхода трилона Б на титрование слегка перетитровывают и используют в качестве свидетеля при титровании второй пробы.

Расчет результатов.

Содержание Ca^{2+} (в мг-экв/дм³) вычисляют по формуле

$$X_{\text{Ca}^{2+}} = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_2} \quad (5)$$

где V_1 – объем рабочего раствора трилона Б пошедшего на титрование, мл;

N – нормальность рабочего раствора трилона Б;

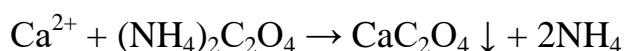
K – коэффициент для приведения концентрации раствора трилона Б;

V_2 – объем пробы воды, взятый на анализ, мл.

По разности между величиной общей жесткости и содержанием кальция можно рассчитать содержание магния.

7.4 Определение содержания ионов магния в воде

Величины рК комплексонов кальция и магния близки, поэтому для раздельного определения их необходимо создать определенные условия или выводить один из ионов из сферы реакции. При анализе магния комплексонометрическим методом ион кальция, мешающий определению, осаждают в виде оксалата



Посуда, реактивы:

- пипетки на 1, 5, 50 или 100 мл;
- коническая колба для титрования на 250 мл;
- беззольный фильтр;
- микробюретка;
- 0,05 Н раствор трилона Б;
- эрихром черный Т, раствор индикатора;
- оксалат аммония $(\text{NH}_4)_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- аммиачный буферный раствор.

Проведение анализа.

Пипеткой переносят 50 – 100 мл пробы воды в колбу емкостью 250 мл. Добавляют пипеткой 1 мл буферного раствора и раствор оксалата аммония. Оксалата аммония вводят такое количество, чтобы содержание его в мг-экв/ дм³ соответствовало полуторному значению общей жесткости данной воды. Затем пробу фильтруют через плотный беззольный фильтр, осадок промывают два раза небольшим количеством дистиллированной воды, присоединяя промывные воды к фильтрату. Добавив 5 мл буферного раствора и 7-8 капель индикатора, титруют пробу воды раствором трилона Б из микробюретки до перехода окраски из красной в фиолетовую.

Расчет результатов.

Содержания Mg^{2+} в мг-экв/дм³ рассчитывают по формуле

$$X_{Mg^{2+}} = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V_2} \quad (6)$$

где V_1 – объем раствора трилона Б пошедшего на титрование, мл;

N – нормальность рабочего раствора трилона Б;

K – коэффициент для приведения концентрации раствора трилона Б к точно 0,05N;

V_2 – объем пробы воды, взятый на анализ, мл.

Содержание кальция можно рассчитать по разности общей жесткостью и содержанием магния.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	$X_{Ca^{2+}}$ мг-экв/дм ³	$X_{Mg^{2+}}$ мг- экв/дм ³

В конце работы сделать вывод о содержании ионов кальция и магния в данной пробе воды и о пригодности её для питья и использования в качестве котловой воды.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

8 Лабораторная работа № 4 «Определение содержания в воде растворенных газов»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: научиться определять содержание растворенного кислорода в воде.

б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Кислород постоянно присутствует в растворенном виде в поверхностных водах. Концентрация растворенного кислорода зависит от температуры, атмосферного давления, степени перемешивания воды, количества осадков, минерализации воды и др. Растворимость кислорода возрастает с уменьшением температуры и минерализации и с увеличением атмосферного давления (Таблица 4).

Количество растворенного кислорода в воде характеризует кислородный режим водоема и имеет большое значение для оценки его состояния. Снижение кислорода в воде указывает на ее химическое и/или биологическое загрязнение.

Содержание кислорода в поверхностных водах варьирует в пределах от 0 до 14 мг/дм³ и подвержено сезонным и суточным колебаниям.

Концентрация растворенного кислорода у пунктов питьевого и санитарного водопользования в пробе, отобранной до 12 часов дня, не должна быть ниже 4 мг/л в любой период года.

В условиях работы теплосилового оборудования растворенный в воде кислород является основным фактором, определяющим интенсивность коррозии.

Особенностью коррозии с участием кислорода является образование «язв» – локальный характер коррозии.

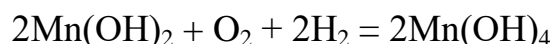
8.1 Определение в воде растворенного кислорода

Содержание кислорода, растворенного в воде, может быть определен йодометрическим или колориметрическим методом. Колориметрический метод рекомендуется для определения малых количеств кислорода.

Применение йодометрического метода для определения кислорода в воде основано на легкой окисляемости свежесоаженной гидроокиси марганца щелочной среде кислородом, растворенным в воде. Для анализа берут две пробы воды одинакового объема и добавляют в одну из них последовательно

раствор сульфата марганца и щелочной раствор йодид-йодата.

Растворенный в воде кислород окисляют марганец (II) до марганца (IV). В результате выделяется гидроксид марганца (IV)



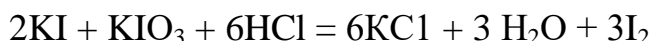
Затем к раствору прибавляют соляную кислоту. Йодид при этом восстанавливает марганец (IV) до марганца (II); йод выделяется в количестве, эквивалентном кислороду



Если в воде будут находиться и другие окислители, то в кислой среде они также будут окислять йодид. Например



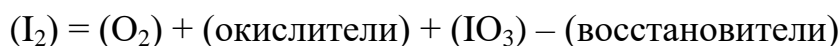
В кислой среде протекает и реакция взаимодействия йодида с йодатом



В присутствии в воде восстановителей часть йода, выделившегося в результате предыдущих трех вышеперечисленных реакций, реагирует с ними. Например



Таким образом, количество выделившегося йода эквивалентно сумме растворенного в воде кислорода, окислителей, йодата, минус расход йода на взаимодействие с восстановителями

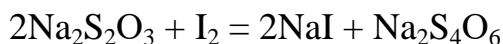


Эти же реактивы, но в обратной последовательности вводят во вторую пробу воды. Поскольку в нее сразу добавляют кислоту, первые две реакции не протекают.

Во второй пробе количество выделившегося йода будет эквивалентно суммарному количеству окислителей и йодата минус расход йода на взаимодействие с восстановителями

$$(I_2)_2 = (\text{окислители}) + (IO_3) - (\text{восстановители})$$

Разность $(I_2) - (I_2)_2$, эквивалентную количеству растворенного в воде кислорода, можно определить путем титрования раствором тиосульфата натрия первой и второй проб воды



Проведение анализа.

Для анализа берут две пробы воды по 500 мл. В первую пробу пипеткой (опускают её до середины колбы) вносят 1 мл раствора соли марганца и другой пипеткой точно 3 мл щелочного раствора йодид-йодата. Во вторую пробу сначала вводят HCl, затем приливают 1 мл раствора соли марганца и йодид-йодата.

Пробу перемешивают взбалтыванием и выдерживают в течении 15 минут в закрытых колбах с притертыми пробками.

После того, как в первой пробе осадок осядет, вводят 5 мл HCl ($\rho = 1,19 \text{ г/см}^3$). Раствор взбалтывают до растворения осадка. Обе пробы окрашиваются выделившимся йодом в желтый цвет. Если изменения окраски не произошло или осадок полностью не растворился, то анализ необходимо повторить, увеличив объем кислоты.

Для титрования отбирают 200 – 250 мл раствора в конические колбы емкостью 500 мл. Отбор раствора проводят при помощи мерных колб, калиброванных на выливание. Растворы охлаждают до температуры, не превышающей 25 °С, и титруют 0,1Н раствором тиосульфата натрия в присутствии индикатора (1мл 1%-ного раствора крахмала).

Расчет результатов.

Содержания растворенного кислорода X в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{N \cdot V_1 \cdot 1000}{V_1^1 - 4} - \frac{N \cdot V_2 \cdot 1000}{V_2^1} \cdot 8, \quad (7)$$

где N – нормальность раствора тиосульфата, мг-экв/л;

V_1 – объем раствора тиосульфата, пошедшего на титрование йода в первой колбе, мл;

V_1^1 – объем первой пробы, мл;

V_2 – объем раствора тиосульфата, пошедшего на титрование йода во второй колбе, мл;

V_2^1 – объем второй пробы, мл.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	V Na ₂ S ₂ O ₃ на рабочую пробу	Содержание O ₂ , мг/дм ³

В конце работы сделать вывод о содержании растворенного кислорода в данной пробе воды и о пригодности её для жизнедеятельности флоры и фауны водоема.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

9 Лабораторная работа № 5 «Определение окисляемости воды»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: научиться определять окисляемость воды методом Кубеля.

б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Наличие в воде органических веществ и легко окисляющихся неорганических соединений характеризует окисляемость воды.

Окисляемость – один из показателей степени загрязнения воды органическими примесями.

Из-за сложности анализа непосредственно концентрацию органических веществ в воде не определяют. О содержании органических веществ, растворенных в воде, судят по количеству кислорода, расходуемого на их окисление в определенных условиях.

Окисляемость воды выражают числом миллиграммов кислорода, потраченных на окисление органических веществ в 1 л воды (мг O₂).

Окисляемость поверхностных вод обычно 4-8 мг O₂/дм³.

Вода считается пригодной для хозяйственно-питьевых нужд, если окисляемость ее не превышает 3 мг O₂/дм³.

Таблица 4 – Характеристика окисляемости

Характеристика окисляемости	Перманганатная окисляемость, мг/ дм ³ O ₂	Цветность, Град. Pt-Co шкалы
Очень малая	< 2,5	< 25
Малая	2,5 – 6	25 – 50
Средняя	6 – 12	50 – 80
Высокая	12 – 20	80 – 120
Очень высокая	>	> 120

9.1 Определение окисляемости воды в кислой среде

В данной методике рассматривается определение окисляемости воды в присутствии перманганата калия в кислой среде, при содержании хлоридов в исследуемой воде < 100 мг/дм³.

Сущность метода.

Органические вещества, содержащиеся в исследуемой воде, при

кипячении в присутствии серной кислоты окисляются перманганатом калия. К пробе воды прибавляют заведомо избыточное количество раствора KMnO_4 , определенной концентрации. После кипячения к пробе прибавляют избыток щавелевой кислоты, при этом часть ее окисляется оставшимся перманганатом калия, а остальное количество $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ оттитровывают перманганатом калия.

Перманганат калия является окислителем как в кислой, так и в щелочной среде. В кислой среде перманганатом окисляются и хлорид ионы до свободного хлора, поэтому окисляемость воды определяют в кислой среде, если содержание хлоридов в ней не выше 100 мг/дм^3 . При более высоком содержании хлоридов окисляемость воды определяют в щелочной среде.

Посуда, реактивы:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- пипетки на 5 и 100 мл;
- бюретки на 25 мл;
- колбы конические на 250 мл;
- 0,01Н раствор KMnO_4 ;
- 0,01Н раствор $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- раствор H_2SO_4 (1:3).

Проведение анализа.

В коническую колбу емкостью 250-300 мл пипеткой отбирают 100 мл испытуемой воды. К пробе прибавляют 5 мл разбавленной (1:3) серной кислоты и содержимое колбы нагревают на электрической плитке до кипения. Затем к пробе прибавляют 10 мл 0,01Н раствора KMnO_4 из бюретки и кипятят в течение 10 мин (считая с момента начала кипения после прибавления раствора KMnO_4).

После этого колбу с плитки снимают и к горячему раствору приливают из бюретки 10 мл 0,01Н раствора щавелевой кислоты. Избыток щавелевой кислоты в обесцветившемся горячем растворе оттитровывают 0,01Н раствором KMnO_4 , до слабо-розового оттенка (температура раствора при титровании должна быть в пределах 80-90 С).

Если при кипячении пробы в течение 10 минут жидкость обесцветится или побуреет, или в ней появится коричневый осадок до приливания щавелевой кислоты, то анализ нужно повторить, взяв для этого меньшее количество воды и доведя ее объем до 100 мл дистиллированной водой.

Расчет результатов.

Окисляемость выражается в миллиграммах кислорода на 1 л воды или в миллиграммах перманганата на 1 л воды. 1 мл 0,01Н раствора KMnO_4 соответствует содержанию в воде 0,08 мг кислорода или 0,316 мг перманганата.

Окисляемость рассчитывается по формулам (мг/дм^3):

а) по кислороду

$$X = \frac{[(V_1+V_2) \cdot K_1 - 10K_2] \cdot 0,08 \cdot 1000}{V}; \quad (8)$$

б) по перманганату

$$X = \frac{[(V_1+V_2) \cdot K_1 - 10K_2] \cdot 0,316 \cdot 1000}{V}, \quad (9)$$

где V_1 – количество 0,01Н раствора $KMnO_4$, прилитого к пробе, мл;

V_2 – количество 0,01Н раствора $KMnO_4$, израсходованного на титрование избытка 0,01Н раствора щавелевой кислоты, мл;

K_1 – поправочный коэффициент к 0,01Н $KMnO_4$;

K_2 – поправочный коэффициент к 0,01Н раствору щавелевой кислоты;

V – количество воды, взятой на анализ, мл.

9.2 Определение окисляемости воды в щелочной среде

Для определения окисляемости в щелочной среде (при повышенном содержании в воде хлоридов – более 3 мг в пробе) 100 мл анализируемой воды пипеткой переносят в коническую колбу емкостью 250-300 мл. Приливают в колбу 2 мл 10 %-ного раствора едкого натра и содержимое её нагревают почти до кипения, затем добавляют 10 мл 0,01Н раствора щавелевой кислоты. В обесцветившемся горячем растворе избыток щавелевой кислоты оттитровывают 0,01Н раствором $KMnO_4$ слабо-розовой окраски раствора, не исчезающей в течении 1 мин. Температура титруемого раствора должна быть не менее 80-90 °С.

Окисляемость рассчитывают по формулам, приведенным при описании метода определения окисляемости в кислой среде.

Следует отметить, что при появлении бурого осадка во время кипячения пробы с перманганатом в щелочной среде (раствор приобретает зеленовато-фиолетовую окраску) повторять анализ с меньшим объемом анализируемой воды нет необходимости, как указано при определении окисляемости в кислой среде. Анализ следует повторить только в том случае, если жидкость над бурым осадком марганца полностью обесцвечивается.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	Окисляемость по O_2 , мг/дм ³	Окисляемость по $KMnO_4$, мг/дм ³

В конце работы сделать вывод о содержании легко окисляемых примесей в данной пробе воды и о пригодности её для питья.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

10 Лабораторная работа № 6 «Определение содержания хлорид-ионов в воде»

Цели и задачи лабораторной работы:

- а) Учебная цель: научиться определять содержание хлорид ионов в воды.
- б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Хлориды по общему содержанию в природных водах занимают первое место среди анионов. Содержание их колеблется от десятых долей до тысячи и более миллиграммов на литр. Это преобладающие анионы в водах с высокой степенью минерализации. Резкое увеличение концентрации Cl^- в воде указывает на загрязнение водоема сточными водами.

При концентрации хлоридов более 300 мг/дм^3 вода приобретает солоноватый привкус. Кроме того, хлориды усиливают коррозию металла в воде вследствие образования хорошо растворимого хлорида железа.

В природных водах Cl^- -ионы появляются в результате растворения пород, содержащих хлориды, а также попадания продуктов деятельности вулканов. Хлориды содержатся в сбрасываемых водах некоторых производств.

Содержание хлоридов в воде определяют объемными методами – меркуриметрически и осаждением.

10.1 Качественное определение

Приблизительно 10 мл пробы в пробирке подкисляют несколькими каплями разбавленной (1:4) азотной кислотой и приливают около 0,5 мл 5% раствора нитрата и серебра. В зависимости от концентрации хлоридов возникает опалесценция или выпадает осадок. При добавлении аммиака в избытке раствор снова становится прозрачным.

Сущность метода.

Меркуриметрический метод применяют при малых концентрациях хлоридов. Он основан на связывании Cl^- ионов в малодиссоциированную соль HgCl_2 . Низкая константа диссоциации хлорида ртути (II) позволяет достаточно точно определить хлорид ионы при титровании их раствором нитрата ртути (II).

Точку эквивалентности определяют дифенилкарбазоном, который с избытком ионов ртути образует соединение фиолетовой окраски. Титрование проводят при $\text{pH} = 2,5 \pm 0,1$.

Без разбавления в 100 мл пробы можно определить до 100 мг/л хлоридов. Для точного определения менее 10 мг/л хлоридов пробу надо предварительно упарить.

Мешающие влияния.

Резкость перехода окраски индикатора в значительной степени зависит от концентрации водородных ионов. В растворах, рН которых равен 2,0, индикатор не окрашивается, при рН = 3,0 возникновение окраски запаздывает.

Правильное установление рН предусмотрено в ходе анализа.

Определению мешают сульфиты, хроматы и железо (III) в концентрациях, превышающих 10 мг/л.

Вместе с хлоридами этим методом определяются иодиды и бромиды, присутствие которых в обычных условиях не предполагаются.

Мешающее влияние сульфидов, цианидов, большой мутности и окраски устраняют также, как и при аргенометрическом определении.

Посуда, реактивы:

- колбы для титрования на 200, 250 мл;
- пипетка мерная на 0,5 мл;
- бюретка на 25 мл;
- 0,05Н раствор нитрата ртути (II);
- 0,2Н раствор HNO_3 ;
- индикатор дефинилкарбазон или смешанный индикатор (дефинилкарбазон + бромфеноловый синий).

Проведение анализа.

Для определения в коническую колбу для титрования пипеткой отмеряют 100 мл пробы анализируемой воды. Прибавляют 0,3 мл раствора дифенилкарбазона или смешанного индикатора, затем по каплям 0,2Н раствор азотной кислоты до перехода окраски из сине-зеленой в желтую и приливают еще 0,25 мл этой кислоты. При анализе сильноокислотных проб, окрашивающихся после прибавления индикатора в желтый цвет, надо прибавить 0,1Н раствор едкого натра до появления сине-зеленой окраски. Затем пробу подкисляют азотной кислотой, как указано выше, и титруют раствором нитрата ртути (II) до перехода желтой окраски в фиолетовую. После анализа исследуемой пробы обязательно проводят холостое измерение со 100 мл дистиллированной воды. Количество раствора нитрата ртути (II), необходимое для изменения окраски, определяют холостым опытом.

Расчет результатов.

Содержание хлорид ионов в мг/дм^3 вычисляют по формуле

$$X_{Cl^-} = \frac{(V_{\text{ПР}} + V_{\text{ХОЛ}}) \cdot K \cdot N \cdot E_{Cl^-} \cdot 1000}{V}, \quad (10)$$

где $V_{\text{ПР}}$ – объем $Hg(NO_3)_2$, израсходованный на титрование, мл;

$V_{\text{ХОЛ}}$ – объем $Hg(NO_3)_2$, израсходованный на титрование холостой пробы, мл;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора $Hg(NO_3)_2$ к точно 0,05Н;

N – нормальность раствора $Hg(NO_3)_2$;

E – эквивалент хлора 35,45 г;

V – объем пробы воды, взятой для анализа.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	$V Hg(NO_3)_2$ на рабочую пробу	$V Hg(NO_3)_2$ на холостую пробу	Содержание X_{Cl^-} , мг/дм ³

В конце работы сделать вывод о содержании хлорид ионов в данной пробе воды и о пригодности её для питья.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

11 Лабораторная работа № 7 «Определение сульфат-ионов в воде»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: научиться определять содержание сульфат ионов в воде различными методами.

б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Естественное содержание сульфатов в поверхностных и грунтовых водах обусловлено выветриванием пород и биохимическими процессами, в водоносных слоях. Их содержание определяет в известной мере некарбонатную жесткость воды.

Сульфаты содержатся почти во всех природных водах, нередко преобладая среди анионов. Концентрация их колеблется от нескольких десятков до тысячи миллиграммов на литр. Ионы SO_4^{2-} поступают в природные воды при растворении гипсовых пород, мирабилита, в результате окисления сероводорода, свободной серы и сульфидов. При большом содержании SO_4^{2-} (более 250 мг/дм^3) возникает сульфатная коррозия бетона, проявляющаяся в образовании соединений большего объема, чем составные части тела бетона ($\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, сульфоалюмината кальция).

Содержание сульфатов в водоемах может быть повышенным вследствие сброса в них сточных вод с неорганическими и органическими соединениями серы.

Содержание SO_4^{2-} -ионов определяют весовым, йодометрическим (ГОСТ 4389–48) и трилонометрическим методами. В данной работе рассматриваются весовой и йодометрический методы.

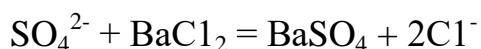
11.1 Качественное определение

Примерно 10 мл пробы подкисляют в пробирке несколькими каплями HCl и прибавляют около 0,5 мл 10% хлорида бария. При содержании 5-50 мг/л сульфатов возникает опалесценция или слабое помутнение, при более высоком содержании выпадает осадок.

11.2 Весовой метод

Сущность метода.

Сущность метода заключается в осаждении ионов SO_4^{2-} в виде сульфата бария



Осаждают в кислой среде во избежание образования осадков карбоната и фосфата бария, растворимых в сильных кислотах. Осадок высушивают, прокаливают и взвешивают на аналитических весах.

Если в исследуемой воде содержатся органические вещества (цветные воды), то предварительно воду подкисляют 1-2 мл концентрированной соляной кислоты. Упаривают в 2-3 раза. Образовавшийся осадок гуматов отфильтровывают и промывают. В фильтрате определяют SO_4^{2-} -ионы.

Посуда, реактивы:

- 10 % раствор BaCl_2 ;
- раствор HCl (1:1);
- 5 % раствор H_2SO_4 ;
- индикатор метилоранж;
- стакан на 150 – 200 мл;
- фарфоровый тигель;
- беззольный фильтр (синяя лента).

Наиболее удобен объем пробы 250 мл с содержанием SO_4^{2-} 20-100 мг/л. Точность определения $\pm \text{SO}_4^{2-}$ на 1 литр воды.

Мешающие влияния.

Определению мешает высокое содержание силикатов и железа, взвешенные и коллоидные вещества. Одновременно с сульфатами определяются и сульфиты. Взвешенные и коллоидные вещества устраняют фильтрованием или центрифугированием, а в некоторых случаях – прибавлением активированного угля.

Высокое содержание кремневой кислоты и железа устраняют выпариванием взятого объема пробы досуха после подкисления 5 мл разбавленным (1:1) раствором HCl . Сухой остаток нагревают около 1 часа при 105°C , смачивают 5 мл разбавленного (1:1) раствора HCl нагревают и разбавляют примерно до 50 мл дистиллированной водой. Горячий раствор фильтруют, фильтр промывают разбавленной (1:50) HCl . К фильтрату прибавляют 1 мл разбавленной (1:1) азотной кислоты и слабо кипятят. Затем прибавляют разбавленный (1:1) раствор аммиака до явно щелочной реакции и

смесь нагревают на водяной бане около 30 минут.

Проведение анализа.

В химический стакан на 400 мл отмерить пипеткой 200 мл исследуемой воды. Внести 2-3 капли метилоранжа. Подкислить соляной кислотой до появления розового окрашивания. Стакан с раствором нагреть до кипения. Постоянно помешивая, влить по каплям 5-10 мл 10%-ного раствора хлорида бария, нагретого до 70-80°C. Прокипятить, помешивая 2-3 минуты.

Стакан накрыть часовым стеклом и поместить на 2-3 ч в кипящую водяную баню или оставить на сутки при комнатной температуре для получения более крупных кристаллов BaSO₄. После созревания осадка сделать пробу на полноту осаждения. Для проверки полноты осаждения прибавить к прозрачному раствору над осадком 1-2 капли раствора BaCl₂. Отсутствие мути указывает на то, что осаждение прошло полно.

Выдержанный осадок отфильтровать через плотный беззольный фильтр, (синяя лента) предварительно несколько раз декантируя раствор. Осадок в стакане 2-3 раза промыть дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой. Промывные воды слить через фильтр. Затем осадок количественно перенести на фильтр и промыть горячей дистиллированной водой до отрицательной реакции на хлорид ионы в фильтрате (реакция с нитратом серебра).

Осадок с фильтром перенести в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель, подсушить и поместить в муфельную печь для прокаливания. Прокаливать осадок в муфельной печи при температуре 800°C до постоянной массы.

Расчет результатов.

Содержание SO₄²⁻ вычисляют по формуле (мг/дм³)

$$X_{SO_4^{2-}} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4116 \cdot 1000}{V}, \quad (11)$$

Содержание SO₄²⁻ вычисляют по формуле (мг-экв/дм³)

$$X_{SO_4^{2-}} = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 0,4116 \cdot 1000}{V \cdot \mathcal{E}_{SO_4^{2-}}}, \quad (12)$$

где m_1 – масса тигля с осадком $BaSO_4$ после прокаливания, мг;
 m_2 – масса пустого тигля, мг;
 V – объем пробы воды, мл;
0,4116 – множитель (фактор) весового анализа;
 $\Xi_{SO_4^{2-}}$ – эквивалент SO_4^{2-}

11.2.1 Определение содержания сульфатов с помощью дифенилкарбазона

Метод с применением при содержании сульфат-ионов более 10 мг/л. В цилиндр с резиновой пробкой емкостью 200 мл берут 150 мл анализируемой воды и вносят 2-3 г. катионита в Н-форме для поглощения катионов кальция и тяжелых металлов, мешающих определению. Цилиндр встряхивают в течение 10 мин., затем оставляют в вертикальном положении на 5-10 мин до оседания катионита.

Осторожно, не взмучивая осадка, отбирают 100 мл воды и переносят в стакан емкостью 200 мл. Пробу выпаривают до 30-50 мл и нейтрализуют 0,05N раствором NaOH в присутствии дифенилкарбазона (3-5 капель 1%-ного спиртового раствора) до появления оранжевой окраски. Избыток NaOH оттитровывают несколькими каплями 0,02N раствора CH_3COOH до перехода из оранжевой окраски в бледно-желтую. После этого пробу дополнительно упаривают до 10 мл, добавляют 10 мл спирта, 10 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором $Pb(NO_3)_2$ до появления бледно-розовой окраски. При добавлении избытка ионов свинца интенсивность окраски усиливается.

Расчет результатов.

Содержание $X SO_4^{2-}$ в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{480 \cdot K \cdot C_{Pb(NO_3)_2} \cdot V_1}{V_2}, \quad (13)$$

где $C_{Pb(NO_3)_2}$ – нормальность раствора нитрата свинца;

V_1 – объем раствора $Pb(NO_3)_2$, израсходованный на титрование, мл;

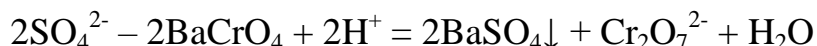
V_2 – объем пробы воды, мл;

K – коэффициент для приведения концентрации раствора нитрата свинца к точно 0,02N.

11.3 Йодометрический метод

Сущность метода.

Сущность метода заключается в том, что содержащиеся в воде сульфаты связывают избытком хромата бария BaCrO_4 , в труднорастворимый сульфат, а хромовую кислоту, образующуюся в количестве, эквивалентном содержанию сульфатов, определяют йодометрическим методом. Для повышения концентрации ионов Ba^{2+} осаждают в кислой среде. Ионное уравнение происходящей при этом реакции



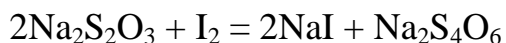
Осадок сульфата бария и избыток хромата бария отделяют от раствора. Предварительно создают слабощелочную среду, добавляя NH_4OH , чтобы уменьшить растворимость хромата бария. При этом $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ -ион переходит в CrO_4^{2-} (желтая окраска).

Если ввести в раствор соляную кислоту, хроматы вновь переходят в бихроматы, которые взаимодействуют с йодидом калия



Количество выделяющегося йода эквивалентно содержанию сульфатов.

Свободный йод определяют, титруя тиосульфатом натрия в присутствии крахмала



Как следует из приведенных уравнений, эквивалент сульфат-иона в данном случае равен $M/3 = 96,09 = 32,02$ г.

Если в воде есть восстановители (NO_2^- , Fe^{2+} , H_2S и др.), пробу предварительно обрабатывают бромной водой; избыток брома удаляют кипячением.

Посуда, реактивы.

- колба для титрования на 250 мл;
- мерная колба на 250 мл;
- пипетки мерные 100, 5 и 1 мл;
- мерный цилиндр;
- суспензия BaCrO_4 в воде;
- 4Н раствор HCl ;

- 5% раствор NH_4OH ;
- 10% раствор KI ;
- 0,05Н раствор $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
- 0,5% раствор крахмала.

Проведение анализа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 100 мл исследуемой воды. Прибавить 1 мл соляной кислоты и 5 мл водной суспензии хромата бария. Кипятить 5 минут. Не прекращая нагревания, прибавить по каплям 5%-ную гидроокись аммония до перехода оранжевой окраски в желтую. После охлаждения удалить избыток аммиака, продувая воздух резиновой грушей. Проверить реакцию среды лакмусовой бумажкой (среда должна быть нейтральной или слабощелочной).

Раствор с осадком перенести в мерную колбу на 250 мл. Туда же слить воду, использованную для ополаскивания колбы, в которой велось осаждение. Довести объем дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы хорошо перемешать и отфильтровать через сухой плотный фильтр. Первые порции фильтрата, если они непрозрачны, отбросить. Из полученного прозрачного фильтрата отобрать пипеткой 100 мл в коническую колбу для титрования. Прибавить 5 мл соляной кислоты и 10 мл иодида калия. Колбу закрыть пробкой и выдержать в темном месте 5 мин. Оттитровать 0,05 н. раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в присутствии 2 мл раствора крахмала до исчезновения синей окраски.

Расчет результатов.

Вычислить содержание SO_4^{2-} (в мг/дм³) по формуле

$$X_{\text{SO}_4^{2-}} = \frac{2,5 \cdot V_1 \cdot C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \cdot E \cdot 1000}{V_2}, \quad (14)$$

где V_1 – объем рабочего раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, израсходованный на титрование, мл;

$C_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – нормальность рабочего раствора;

E – эквивалент SO_4^{2-} (32,02)

V_2 – объем пробы воды, мл;

2,5 – степень разбавления пробы воды.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	Содержание SO_4^{2-} мг/дм ³ весовым методом	Содержание SO_4^{2-} мг/дм ³ йодометрическим методом

В конце работы сделать вывод о содержании сульфат ионов в данной пробе воды и о пригодности её для питья.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

12 Лабораторная работа № 8 «Определение кислотности и щелочности воды»

Цели и задачи лабораторной работы:

- а) Учебная цель: научиться определять кислотность и щелочность воды.
- б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

12.1 Определение кислотности воды

Кислотностью называется содержание в воде веществ, вступающих в реакцию с сильными щелочами (едким натром, едким кали), т.е. с гидроксидными.

В обычных природных водах кислотность в большинстве случаев зависит только от содержания свободной растворенной двуокиси углерода. Естественную часть кислотности также могут создавать гуминовые и другие слабые органические кислоты. Во всех этих случаях рН воды обычно не бывает ниже 4,5.

Кислотность воды определяют титрованием ее раствором сильного основания.

Количество титрованного раствора, израсходованное до получения рН 4,5, соответствует свободной кислотности; количество, израсходованное до получения рН 8,3, соответствует общей кислотности.

Если рН анализируемой воды больше 5,3, то ее кислотность равна нулю.

Для определения кислотности воду титруют раствором NaOH или Na₂CO₃. Конец титрования определяют визуально или электрометрически.

Электрометрическое определение удобно для анализа загрязненных сточных вод.

Общую кислотность (р) и свободную кислотность (т) выражают в миллиграмм-эквивалентах на л воды.

Мешающие влияния.

Для анализа сточных вод, содержащих большие количества железа или алюминия и сильные кислоты (например, вод от отравления металлических деталей), этот способ совершенно неприемлем.

Сущность метода.

Для определения кислотности воду титруют раствором NaOH или Na₂CO₃.

Общую кислотность выражают в миллиграмм-эквивалентах на 1 л воды.

Перед определением в выданной пробе определить рН.

Если предварительное определение показало в пробе рН больше 8,3, то кислотность отсутствует.

12.1.1 Свободная кислотность

Посуда, реактивы.

– колба для титрования на 250 мл;

– пипетка мерная на 100 мл;

– 0,1Н раствор NaOH;

– индикатор метилоранж

Проведение анализа.

В коническую колбу объемом 250 мл мерной пипеткой отмерить 100 мл или меньшему объему исследуемой пробы в зависимости от величины рН (чем меньше рН, тем меньше объем пробы берется на анализ) воды. Взятая проба доводится до 100 мл дистиллированной водой. Добавить 2-3 капли индикатора метилового оранжевого и титровать 0,1Н раствором NaOH из микробюретки до появления желтой окраски.

При электролитическом определении титруют до рН 4,5. Для этого, пробу анализируемой воды в объеме 100мл помещают в стаканчик с магнитной мешалкой и титруют 0,1Н раствором NaOH до рН 4,5. Замеряют объем щелочи, пошедший на титрование.

$$X = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot K \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot 1000}{V}, \quad (15)$$

где V_{NaOH} – объем 0,1Н NaOH, израсходованный на титрование по метилоранжу, мл;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора NaOH к точно 0,1Н;

C_{NaOH} – нормальность раствора NaOH;

V – объем пробы воды, взятой для титрования, мл.

12.1.2 Общая кислотность

Посуда, реактивы.

- колба для титрования на 250 мл;
- пипетка мерная на 100 мл;
- 0,1Н раствор NaOH;
- индикатор фенолфталеин

Проведение анализа.

В коническую колбу объемом 250 мл мерной пипеткой отмерить 100 мл или меньшему объему исследуемой пробы в зависимости от величины рН (чем меньше рН, тем меньше объем пробы берется на анализ) воды.

Взятая проба доводится до 100 мл дистиллированной водой. Добавить 2-3 капли индикатора фенолфталеина и титровать 0,01Н раствором NaOH из микробюретки до появления слабой розовой окраски, не исчезающей 1-2 минуты.

При электролитическом определении титруют до рН 8,3. Для этого, пробу анализируемой воды в объеме 100 мл помещают в стаканчик с магнитной мешалкой и титруют 0,1Н раствором NaOH до рН 8,3. Замеряют объем щелочи, пошедший на титрование.

Расчет результатов.

Содержание общей кислотности в мг-экв/дм³

$$X = \frac{V_{\text{NaOH}} \cdot K \cdot C_{\text{NaOH}} \cdot 1000}{V}, \quad (16)$$

где V_{NaOH} – объем 0,1Н NaOH, израсходованный на титрование по фенолфталеину, мл;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора NaOH к точно 0,1Н;

C_{NaOH} – нормальность раствора NaOH;

V – объем пробы воды, взятой для титрования, мл.

12.2 Определение щелочности воды

Щелочностью называется содержание в воде вещества, вступающих в реакцию с сильными кислотами, т.е. с ионами водорода. Расход кислоты выражает общую щелочность воды (m).

В обычных природных водах щелочность зависит, как правило, только от

гидрокарбонатов щелочноземельных металлов. В этом случае значение рН воды не превышает 8,3. Общая щелочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию гидрокарбонатов.

Наличие растворимых карбонатов и гидроокисей повышает значение РН более 8,3. Та часть общей щелочности, которая соответствует количеству кислоты, нужному для понижения рН до 8,3, называется *свободной щелочностью* воды.

Сущность метода.

Щелочность определяют титрованием пробы воды раствором сильной кислоты. Количество раствора, израсходованное до достижения РН 8,3, эквивалентно свободной щелочности. Если рН воды меньше 4,5, то ее щелочность равна нулю.

Высокие концентрации свободной CO_2 мешают правильному определению перехода окраски при титровании так же, как и CO_2 , выделяющаяся при высоком содержании карбонатов. Поэтому при более точном определении щелочности предварительно вытесняют CO_2 , продувая воздух через воду.

12.2.1 Свободная щелочность

Посуда, реактивы.

- колба для титрования на 250 мл;
- пипетка мерная на 100 мл;
- 0,1Н раствор НСl;
- индикатор фенолфталеин

Проведение анализа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 100 мл исследуемой пробы воды. Воду с высокой щелочностью берут в меньшем количестве и доводят объем приблизительно до 100 мл дистиллированной водой.

Прибавить 2 капли раствора фенолфталеин и титровать на белом фоне 0,1Н раствором соляной кислоты до обесцвечивания.

При электролитическом определении титруют до рН 8,3. Для этого, пробу анализируемой воды в объеме 100 мл помещают в стаканчик с магнитной мешалкой и титруют 0,1Н раствором НСl до рН 8,3. Замеряют объем кислоты пошедший на титрование.

Расчет результатов.

Содержание общей щелочности в мг-экв/дм³

$$\text{Щ}_{\text{св}} = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot K \cdot C_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V}, \quad (17)$$

где V_{HCl} – объем 0,1Н раствора соляной кислоты, израсходованной на титрование по фенолфталеину, мл;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора HCl к точно 0,1Н;

C_{HCl} – нормальность раствора HCl;

V – объем пробы воды, взятой для титрования, мл.

12.2.2 Общая щелочность

Посуда, реактивы.

- колба для титрования на 250 мл;
- пипетка мерная на 100 мл;
- 0,1Н раствор HCl;
- индикатор метилоранж

Проведение анализа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 100 мл исследуемой пробы воды. Воду с высокой щелочностью берут в меньшем количестве и доводят объем приблизительно до 100 мл дистиллированной водой.

Прибавить 2 капли раствора метилового оранжевого и титровать на белом фоне 0,1Н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оранжевую.

При электролитическом определении титруют до рН 4,5. Для этого, пробу анализируемой воды в объеме 100 мл помещают в стаканчик с магнитной мешалкой и титруют 0,1Н раствором HCl до рН 4,5. Замеряют объем кислоты пошедший на титрование.

Расчет результатов.

Содержание общей щелочности в мг-экв/дм³

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{V_{\text{HCl}} \cdot K \cdot C_{\text{HCl}} \cdot 1000}{V}, \quad (18)$$

где V_{HCl} – объем 0,1Н раствора соляной кислоты, израсходованной на

титрование по метилоранжу, мл;

K – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора HCl к точно $0,1N$;

C_{HCl} – нормальность раствора HCl ;

V – объем пробы воды, взятой для титрования, мл.

Полученные результаты занести в таблицу.

№ пробы	Общая кислотность	Общая щелочность

В конце работы сделать вывод о кислотности и щелочности данной пробы воды, о пригодности её для питья и использования в качестве котловой воды.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

13 Лабораторная работа № 9 «Определение взвешенных в воде веществ»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: научиться определять содержание взвешенных веществ в воде.

б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Все вещества, содержащиеся в воде, можно разделить на вещества растворенные и взвешенные. Взвешенные вещества подразделяются на оседающие, неоседающие и всплывающие.

Растворенные вещества определяют от взвешенных фильтрованием или центрифугированием. Определение растворенных веществ и общего содержания примесей состоит в выпаривании воды, высушивании остатка и взвешивании остатка после фильтрования.

Такой ход определения не гарантирует теоретически правильного разделения растворенных и взвешенных веществ, а разделяет их на отделяющиеся фильтрованием и проходящие сквозь фильтр, что однако, удовлетворяет практическим целям.

Газы, летучие вещества и вещества, которые при выпаривании или высушивании разлагаются с образованием летучих компонентов, не учитываются при таком ходе анализа.

По разности массы сухого остатка растворенных и взвешенных веществ и ассы его после прокаливания вычисляют потери при прокаливании. Потери при прокаливании показывают массу органических и неорганических веществ, улетучивающихся или разлагающихся при температуре прокаливания с образованием летучих продуктов. На результатах обоих определении отражаются изменения в массе, которые могут произойти вследствие протекающих при прокаливании реакций, например, окисления минеральных веществ, потери кристаллизационной воды, потери газов при термическом разложении и т.д.

Общее содержание примесей – это сумма всех растворенных и взвешенных веществ, которые определяются выпариванием пробы воды, высушиванием полученного остатка при 105 °С до постоянной массы и взвешиванием.

Растворенные вещества – это вещества, которые определяются выпариванием профильтрованной пробы, высушиванием остатка при 105 °С до постоянной массы и взвешиванием.

Взвешенные вещества – это вещества, которые остаются на фильтре при использовании того или иного способа фильтрации. Их определяют либо непосредственно после фильтрации пробы высушиванием при 105 °С осадка до постоянной массы и взвешиванием, либо косвенно по разности между общим содержанием примесей и количеством растворенных веществ.

Остаток после прокаливания – это вещества, которые остаются после прокаливания высушенных остатков при 600 °С до постоянной массы.

Потеря при прокаливании – представляет собой разность в массе между высушиванием и прокаленным остатком.

При анализе питьевых вод определяют только общее содержание примесей. Растворенные и взвешенные вещества определяются в исключительных случаях. При анализе поверхностных вод производят все три определения. В сточных водах также производят все три определения.

Для определения взвешенных веществ применяется фильтрация, центрифугирование или же их находят расчетом.

Выбор метода зависит от количества и характера взвешенных веществ, цели определения и оборудования лаборатории. Для точного определения небольших количеств взвешенных веществ применяют фильтрацию через асбест или мембранный фильтр. Для определения больших количеств взвешенных веществ целесообразно применять бумажный фильтр.

Результаты определения общего содержания примесей, растворенных и взвешенных веществ, остатков после прокаливания и потерь при прокаливании выражают в миллиграммах на 1 литр. Результаты определения оседающих или всплывающих веществ выражают в миллилитрах на 1 литр в объемных процентах или в миллиграммах и граммах на 1 литр воды.

Сточные воды содержат обычно кроме истинно растворенных веществ также коллоидно-растворенные и суспендированные (взвешенные) частицы различной дисперсности. О степени дисперсности можно составить некоторое представление (весьма приближенное) по внешнему виду исследуемой воды, характеризует словами: "вода мутная", "вода опалесцирует", "вода содержит грубую взвесь". Такие качественные описания имеют некоторую этому их следует включать в протокол исследования сточных вод, но термины требуют уточнения.

Опалесцирующей называют воду, прозрачную в проходящем свете, но мутную в отраженном свете.

Мутной называют воду, непрозрачную и в проходящем свете, отдельные взвешенные частицы в ней неразличимы невооруженным глазом, и при отстаивании в течении 5-6 часов взвешенные частицы из раствора не выделяются.

Грубой взвесью называют частицы, заметные невооруженным глазом,

более или менее полно выделяющиеся из раствора при отстаивании его в течении 5-6 часов.

13.1 Определение содержания взвешенных веществ

Для определения общего содержания взвешенных веществ 1 л испытуемой воды фильтруют через предварительно высушенный и взвешенный беззольный фильтр (или через фильтр с известным содержанием золы). По окончании фильтрования фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при 105 ± 3 °С до постоянного веса и взвешивают.

Общее содержание взвешенных веществ рассчитывают по формуле

$$A = \frac{(a-b) \cdot 1000}{V}, \quad (19)$$

где V – объем воды взятой для анализа, мл;

a – вес высушенного фильтра с осадком, г;

b – вес высушенного пустого фильтра, г.

После определения общего количества взвешенных веществ фильтр с осадком помещают в фарфоровый или платиновый тигель, сжигают, прокаливают в муфельной печи при температуре 600 °С до постоянного веса, охлаждают и взвешивают.

Содержание неорганических взвешенных веществ рассчитывают по формуле

$$B = \frac{(a_1 - b_1) \cdot 1000}{V}, \quad (20)$$

где V – объем воды взятой для анализа, мл;

a_1 – вес высушенного фильтра с осадком, г;

b_1 – вес высушенного пустого фильтра, г.

Содержание органических веществ определяют по разности между общим содержанием взвешенных веществ и содержанием неорганических взвешенных веществ.

☞ После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

13 Лабораторная работа № 10 «Определение остаточного хлора в воде после обеззараживания»

Цели и задачи лабораторной работы:

а) Учебная цель: научиться определять концентрацию хлора в водопроводной воде.

б) Развивающая цель: Формирование профессиональных навыков; умение самостоятельно вести определение основных показателей различными методами анализа.

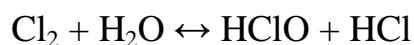
Формируемые компетенции: ПК.5.4; ОК 1-4.

Обеззараживают воду, чтобы снизить ее бактериальное загрязнение. К химическим методам обеззараживания относятся обработка воды свободным хлором и его кислородными соединениями, хлораминами – органическими и неорганическими, озоном, солями тяжелых металлов (Ag, Cu). Из физических методов в практике обеззараживания наибольшее распространение получило облучение воды ультрафиолетовыми лучами с длиной волны от 200 до 300 нм.

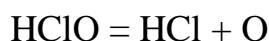
Хлорирование воды.

Хлорирование в настоящее время – наиболее распространенный метод обеззараживания воды. В практике используют свободный хлор, соли натрия и кальция хлорноватистой кислоты NaClO , $\text{Ca}(\text{ClO})_2$, двуокись хлора ClO_2 .

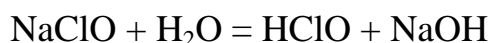
Газообразный хлор, растворяясь в воде, взаимодействует с ней (по сути это гидролиз молекулы Cl_2).



Образующаяся хлорноватистая кислота HClO легче разлагается, образуя свободный кислород



Обеззараживающими реагентами являются хлор, хлорноватистая кислота и кислород, выделяющийся при её разложении. Существует также и представление о том, что в качестве вторичного продукта образуется окись хлора Cl_2O , тоже сильный окислитель. Их бактерицидное действие сводится к окислению и хлорированию составных частей цитоплазмы бактериальных клеток. Обеззараживающее действие солей хлорноватистой кислоты основано на их гидролизе, в результате которого образуется неустойчивая кислота.



Смешанная соль кальция хлорноватистой и соляной кислот называют хлорной известью $\text{Cl} - \text{Ca} - \text{OCl}$.

Окислительными свойствами обладает хлор, входящий в состав Cl^- - иона

(активный хлор). Активный хлор хлорсодержащих соединений определяется количеством газообразного хлора, эквивалентным количеству кислорода, выделявшегося при разложении этих соединений. Хлор, не участвующий в окислении органических и неорганических примесей, называется *связанным*.

Содержание активного хлора в товарной хлорной извести должно быть не менее 30%. Бактерицидное действие хлорной извести основано на реакции взаимодействия её с водой.



Количество хлора, идущее на окисление органических и неорганических примесей, определяет величину хлорпоглощаемости воды. Дозу обеззараживающего реагента выбирают таким образом, чтобы после окисления всех примесей в воде оставалось некоторое избыточное количество хлора, так называемый остаточный хлор. Согласно ГОСТ 2874-54, после 30-минутного контакта хлора с водой остаточного хлора должно быть не более 0,5 мг/л и не менее 0,3 мг/л при выходе с очистных сооружений и не менее 0,1 мг/л наиболее отдаленных точках водоразбора.

Остаточный хлор в питьевой воде при предварительном осветлении определяют через каждый час. Активный хлор в хлорсодержащих соединениях, остаточный хлор в воде и хлорпоглощаемость воды определяют методом йодометрии.

13.1 Определение остаточного хлора в водопроводной воде

Реактивы.

- $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ (0,005Н раствор)
- KI (10 %-ный раствор)
- ацетатная буферная смесь, готовят смешивая равные объёмы 1Н раствора CH_3COOH и CH_3COONa
- крахмал (1 %-ный раствор)

Проведение анализа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 100 мл водопроводной воды, прибавить 5 мл 10%-ного раствора KI , 5 мл ацетатной буферной смеси и 1 мл раствора крахмала. Оттитровать пробу 0,005Н раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ до исчезновения синей окраски раствора.

Расчет результатов.

Количество остаточного хлора в водопроводной воде

$$X = \frac{V_1 \cdot C_{Na_2S_2O_3} \cdot E_{Cl}}{V_2}, \quad (21)$$

где X – содержание остаточного хлора, мг;

V_1 – объем рабочего раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование пробы воды, мл;

$C_{Na_2S_2O_3}$ – нормальность рабочего раствора тиосульфата натрия;

E_{Cl} – эквивалент хлора (35,45);

V_2 – объём исследуемой пробы, мл.

13.2 Выбор дозы хлора и определение хлорируемости воды

Оптимальной дозой хлора при нормальном хлорировании считается количество введенного хлора (мг/л), обеспечивающее содержание остаточного хлора 0,5 мг/л после 30-минутного контакта хлора с водой. Дозу определяют путем пробного хлорирования исходной воды.

Реактивы.

- $Na_2S_2O_3$ (0,005Н раствор)
- KI (10 %-ный раствор)
- ацетатная буферная смесь: 1Н раствор CH_3COOH и 1Н раствор CH_3COONa (1:1);
- крахмал (1 %-ный раствор);
- хлорная вода, содержащая 1 мг хлора в 1 мл. Готовят, пропуская газообразный хлор в дистиллированной воде. Титр устанавливают по по 0,1/0,05 Н и раствору $Na_2S_2O_3$.

Проведение анализа.

В восемь конических колб емкостью 250 мл отмерить пипеткой по 100 мл исследуемой воды. В колбу прилить с интервалом в 2 мин соответственно 1,0; 1,5; 2; 2,5; 3; 4; 5; 10 мл хлорной воды (1 мл хлорной воды соответствует дозе хлора 1 мг/л). Колбы закрыть пробками, перемешать содержимое и оставить на 30 минут. После 30-ти минутного контакта с водой определить содержание остаточного хлора в каждой пробе по приведенной методике (см.предыдущую работу).

Задание.

1. По данным работы вычислить концентрацию остаточного хлора в

каждой пробе.

2. Построить график “доза хлора – остаточный хлор”, откладывая на оси ординат дозу введенного хлора (мг/л), на оси абсцисс – концентрацию остаточного хлора (мг/л).

3. Определить оптимальную дозу хлора.

4. Вычислить показатель хлорируемости воды Охл по формуле

$$O_{\text{Хл}} = 1 / Д, \quad (22)$$

где Д – доза хлора в мг/л соответствующая содержанию остаточного хлора 0,5 мг/л.



После выполнения лабораторной работы, уберите за собой рабочее место!!!

Таблица 1 – Показатели химического состава воды

Показатели	ПДК норматив не более
Реакция среды	6 – 9 единиц рН
Общая минерализация (сухой остаток)	1000 мг/дм ³
Жесткость общая питьевой воды	7 мг-экв/дм ³
Жесткость питательной воды парогенераторов	0,05 мг-экв/дм ³
Ca ²⁺	30 – 140 мг/дм ³
Mg ²⁺	20 – 85 мг/дм ³
Аммиак (по азоту)	0,05 – 3,0 мг/дм ³
Окисляемость перманганатная	5 мгО ₂ /дм ³
Нефтепродукты (суммарно)	1 мг/дм ³
Поверхностно-активные вещества	0,5 мг/дм ³
Щелочность	0,2 – 20,0 (6,5) мг-экв/дм ³
Фенол	0,001 мг/дм ³
Сульфаты	500 мг/дм ³
Хлориды	350 мг/дм ³
Железо (суммарно)	0,3 мг/дм ³
Остаточный хлор	0,3 – 0,5 мг/дм ³

Таблица 2 – Классификация воды по величине рН и минерализации

Среда	рН	Минерализованность (солесодержание)	Сухой остаток, мг/дм ³
Сильнокислая	< 4,5	Малая	< 200
Слабокислая	4,5 – 6,5	Средняя	200 – 500
Нейтральная	6,5 – 8,0	Повышенная	500 – 1000
Слабощелочная	8,0 – 9,0	Высокая	1000 – 2000
Сильнощелочная	> 9,0	Очень высокая	2000 – 8000

Таблица 3 – Классификация воды по жесткости и прозрачности

Характеристика воды	Жесткость, мг-экв/дм ³	Прозрачность	Содержание взвеси, мг/дм ³
Очень мягкая	≤ 1,5	Прозрачная	< 5
Мягкая	1,5 – 3	Слабомутная	5 – 20
Средняя	3 – 6	Среднемутная	20 – 50
Жесткая	6 – 10	Мутная	50 – 300
Очень жесткая	> 10	Очень мутная	> 300

Таблица 4 – Окисляемость и цветность воды

Характеристика окисляемости (цветности)	Перманганатная окисляемость, мг/дм ³ O ₂	Цветность, град.Рт-Со шкалы
Очень мягкая	≤ 2,5	< 25
Мягкая	2,5 – 6	25 – 50
Средняя	6 – 12	50 – 80
Жесткая	12 – 20	80 – 120
Очень жесткая	> 20	> 120

Таблица 5 – Содержание растворенного кислорода в воде в зависимости от температуры

Температура воды, °С	0	10	20	30	40	50	60	80	100
Содержание O ₂ , мг/дм ³	14,6	11,3	9,1	7,5	6,5	5,6	4,8	2,9	0