

АНАЛИЗ ВОДЫ

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНОСТИ ВОДЫ

Цвет воды связан с содержанием в ней соединений железа, а также гуминовых и фульвокислот, которые являются преобладающей частью в органической составляющей природных вод. Определение цвета воды имеет важное значение при экспрессных методах анализа воды. Например, контроль цветности сточных вод целлюлозно-бумажных комбинатов позволяет контролировать содержание лигнинных веществ без проведения дорогостоящих анализов органики.

Чистая вода, наблюдаемая в проходящем свете, на глубине нескольких метров имеет слегка голубоватую окраску, которая может изменяться в присутствии загрязняющих веществ и приобретать множество оттенков. Природные воды в основном имеют желтовато-коричневый цвет из-за наличия в ней частичек железа, глинистых частиц, гумусовых веществ.

Цвет, получаемый в присутствии нерастворенного взвешенного вещества, характеризуется как "кажущийся цвет". Международный стандарт ИСО 7887 устанавливает три метода определения цвета:

- метод определения цвета пробы путем визуального изучения пробы воды в бутылке. Методом можно определить только "кажущийся цвет";
- метод определения цвета пробы воды визуально. Метод может быть использован для природной и питьевой воды, а также для промышленных вод с незначительной окраской. Данный метод является субъективным, поскольку зависит от восприятия оператора;
- метод определения цвета пробы с помощью оптических приборов. Он применим для природной, питьевой воды, а также для промышленных сточных вод с незначительной окраской.

Эти методы можно применять отдельно или в сочетании.

Неточности определения цвета будут возникать, если цвет пробы отличается существенно от цвета равноценных растворов или от цвета эквивалентов стеклянных образцов. В этих случаях будет невозможно провести полное сравнение. Взвешенную муть, создающую помехи при определении действительного цвета, надо удалить путем фильтрования через мембранный фильтр диаметром пор 0,45 мкм. Следует учитывать, что если воздух попадет в пробу во время фильтрования, то в некоторых случаях это приведет к образованию различных окрашенных продуктов. Например, соединения железа или марганца могут оставаться на фильтре или перейти в раствор в виде окрашенных соединений.

Отбор пробы

Отбирают пробу в стеклянные бутылки вместимостью не менее 1 дм³ и как можно быстрее выполняют исследование на цвет. Если хранение проб неизбежно, то их хранят в темном месте.

Иногда необходимо предотвратить контакт пробы воды с воздухом. Следует также избегать изменения температуры пробы в период хранения.

МЕТОД 1. Определение цвета пробы путем визуального изучения пробы воды в бутылке.

Неотфильтрованную пробу воды помещают в бутылку, проверяют пробу на интенсивность цвета и оттенка в отраженном свете относительно белого фона. Если проба содержит взвешенное вещество, то нужно дать ему осесть до начала проверки.

МЕТОД 2. Визуальный метод определения цвета пробы воды

Сущность метода: Метод основан на определении интенсивности цвета проб путем сравнения со шкалой цветности

Приготовление цветовой шкалы: Цветовая шкала готовится из двух растворов: 1) в 1 л воды 0,0875г $K_2Cr_2O_7$, 2г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ и 1 мл H_2SO_4 удельного веса 1,84 г/мл. Этот раствор является исходным и отвечает цветности 500⁰. 2) содержит в 1л 1 мл H_2SO_4 удельного веса 1,84 г/мл. Растворы стабильны в течение 6 месяцев.

Шкалу цветности получают смешением растворов №1 и №2 в определенных соотношениях. Полученные растворы стабильны в течение 1 месяца.

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

Проведение определения

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

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

Определение мутности и прозрачности воды

Важным показателем качества воды, используемой практически для любой цели является наличие механических примесей - взвешенных веществ, твердых частиц ила, глины, водорослей и других микроорганизмов, и других мелких частиц. Допустимое количество взвешенных веществ колеблется в широких пределах, как и возможное их содержание. Взвешенные в воде твердые частицы нарушают прохождение света через образец воды и создают количественную характеристику воды, называемую мутностью. Мутность можно рассматривать как характеристику относительной прозрачности воды. Мутность зависит от месторасположения источника (подземные источники, поверхностные воды и т.д.) и может меняться в течении года в связи с природными условиями. Измерение мутности - это не прямое определение количества взвеси в жидкости, а измерение величины рассеяния света на взвешенных частицах. Определение мутности проводят согласно ISO 7027 или ГОСТ 3351-74 **Вода** питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности.

Мутность определяют *фотометрически* (турбидиметрически – по ослаблению проходящего света или нефелометрически – по светорассеянию в отраженном свете), а также визуально – по степени мутности столба высотой 10–12 см в мутномерной пробирке. Мутность выражается в миллиграммах на литр (мг/дм^3), либо в единицах мутности по формазину (ЕМ/дм^3)

Прозрачность- величина, обратная мутности

Определяют по максимальной высоте столба воды, через который можно прочесть стандартный шрифт. Ширина 1,5 мм Высота 3 мм.

В мутномерную пробирку налить исследуемую жидкость и определить высоту столба через который читается шрифт.

Определение с помощью круга. Налить исследуемую пробу в емкость высотой более 20см, с диаметром дна около 10см. Дать пробе отстояться 15 мин. Осторожно поставить сосуд с пробой на определитель прозрачности. Различение трех заштрихованных овала свидетельствует о степени прозрачности.

Лабораторная работа №3

Определение окисляемости воды (перманганатный индекс)

Перманганатный индекс воды — общая концентрация кислорода, соответствующая количеству иона перманганата, потребляемому при обработке данным окислителем в определенных условиях определенной пробы воды.

Перманганатный индекс является мерой загрязнения воды органическими и окисляемыми неорганическими веществами. Он в основном предназначен для оценки качества водопроводной и природных вод, включая поверхностные воды. Более загрязненные воды можно анализировать после очистки и предварительного

разбавления. Перманганатный индекс можно определять для вод, содержащих менее 500 мг/л иона хлорида. Восстанавливающие соединения, такие как соли железа (II), нитриты и сероводород, в определенной степени могут влиять на значение перманганатного индекса.

Перманганатный индекс нельзя рассматривать как меру теоретического потребления кислорода или общего содержания органических веществ, так как многие органические соединения в этом случае окисляются лишь частично.

Этот метод не рекомендуется для определения содержания органических веществ в сточных водах, для этой цели следует определить ХПК по ИСО 6060. Метод определения перманганатного индекса достаточно эффективен при анализе большого количества проб воды. Стандартный метод определения перманганатного индекса воды устанавливает ИСО 8467. Метод в основном предназначен для исследования вод, используемых человеком в быту: питьевой воды, минеральной воды, воды из колодцев и источников, а также воды для плавательных бассейнов. Он применим для вод с концентрацией иона хлорида менее 300 мг/л. Пробы с перманганатным индексом более 10 мг/л перед анализом необходимо разбавить. Нижний предел определения 0,5 мг/л.

Сущность метода заключается в окислении пробы известным количеством перманганата калия в сернокислой среде в течение определенного промежутка времени (10 мин).

Приготовление растворов

Рабочий раствор KMnO_4 готовится в лаборатории заранее путем растворения рассчитанной навески KMnO_4 в определенном объеме свежей дистиллированной воды (~3,2 г на 1 литр для 0,1 н. раствора). Полученный раствор переливают в емкость из темного стекла и выдерживают 7-10 дней, после чего фильтруют через стеклянный фильтр с пористой пластинкой и хранят в сосуде из темного стекла, закрытом стеклянной пробкой. При хранении раствора его концентрация изменяется под влиянием имеющихся в воде восстановителей, аммиака, органических веществ, попадающих с пылью и др. Поэтому концентрацию рабочего раствора KMnO_4 устанавливают и периодически проверяют по стандартному раствору щавелевой кислоты. При титровании протекает реакция:



Рабочий раствор щавелевой кислоты готовят по точной навеске или из стандарт титра.

Сразу после поступления проб в лабораторию добавляют 5 мл серной кислоты (7,5 моль/л) на 1 л пробы (если это не сделано при отборе проб). Кислоту добавляют независимо от того, будет ли проба храниться до анализа.

Методика определения

Пробу следует анализировать как можно скорее, но не позже чем через 2 дня после отбора, и хранить в темноте при 0-5°C, если время хранения превышает 6 ч. Перед взятием части пробы на анализ склянки с пробами встряхивают, чтобы содержимое перемешалось.

Все колбы и пробирки должны быть тщательно вымыты. Пробы с высоким

перманганатным индексом разбавляют так, чтобы перманганатный индекс разбавленных проб был в диапазоне 0,5-10 мг/л.

Бюретку ополаскивают рабочим раствором перманганата и заполняют им непосредственно перед титрованием.

В коническую колбу емкостью 250-300 мл отбирают 100 мл воды, добавляют 5мл H_2SO_4 (1:3), и 8 мл 0,1М $KMnO_4$, нагревают раствор до кипения и выдерживают при слабом кипении 10 мин. В случае обесцвечивания раствора берут воду в меньшем объеме и разводят ее дистиллированной водой. По окончании кипячения в горячую жидкость добавляют 10 мл 0,01 м раствора щавелевой кислоты и титруют, добавляя при непрерывном перемешивании раствор $KMnO_4$ из бюретки до появления не исчезающей в течение 30 секунд бледно-розовой окраски. Титрование повторяют не менее трех раз, находят \bar{V} ($KMnO_4$) и рассчитывают количество кислорода, пошедшего на окисление органических веществ, содержащихся в 1 литре раствора.

Выражение результатов

Перманганатный индекс в пересчете на кислород, выраженный в мг/л, вычисляют по уравнению:

$$X = [(A_1 + A_2)K - B] * 0,01 * 8 * 100/V$$

где A_1 и A_2 – количество раствора перманганата, прибавленного в начале и в конце определения, мл; K – поправочный коэффициент этого раствора для приведения к точно 0,01N; B – количество введённого 0,01N раствора щавелевой кислоты, мл; V – объём пробы, взятой для определения.