

**КАЗАНСКИЙ (ПРИВОЛЖСКИЙ) ФЕДЕРАЛЬНЫЙ  
УНИВЕРСИТЕТ**

---

**Химический институт им.А.М.Бутлерова  
Кафедра аналитической химии**

**ГИДРОХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ**

**Е.Е.Стойкова, Э.П.Медянцева, Г.А.Евтюгин**

**Казань – 2010**

Печатается по решению Научно-методического совета Химического института им.А.М.Бутлерова Казанского (Приволжского) федерального университета

Рецензент: доктор химических наук, профессор Будников Г.К.

**Гидрохимический анализ** / Е.Е. Стойкова, Э.П. Медянцева, Г.А. Евтюгин. - Казань, Казанский (Приволжский) федеральный университет, 2010. - 49 с.

Учебное пособие к курсу "Аналитическая химия" для студентов 2 курса дневной формы обучения Химического института им. А.М. Бутлерова, специальность "Химия". Рассмотрены основные показатели качества вод – природных, водопроводных, сточных, а также методы анализа основных неорганических компонентов вод – катионов и анионов - и методы определения суммарных показателей качества вод.

---

---

## Содержание

Отбор и консервация проб .....	4
Общая характеристика качества вод.....	9
Общие и суммарные показатели качества вод.....	16
Минеральный состав .....	31
Анионный состав воды.....	32
Катионный состав воды.....	41
Методические указания к выполнению УИРС по анализу воды.....	46
Рекомендуемая литература .....	48

---

---

## ОТБОР И КОНСЕРВАЦИЯ ПРОБ

Отбор проб – операция, от правильного выполнения которой во многом зависит точность получаемых результатов. Чаще всего на водоеме отбираются так называемые *разовые пробы*. Однако при обследовании водоема может возникнуть необходимость отбора серий периодических и регулярных проб – из поверхностного, глубинного, придонного слоев вод и т.д. Пробы могут быть отобраны также из подземных источников, водопровода и т.п. Усредненные данные о составе вод дают *смешанные пробы*.

В нормативных документах (ГОСТ Р 51592-2000: Вода. Общие требования к отбору проб, ГОСТ 24481, ГОСТ 17.1.5.05, ИСО 5667-2 и др.) определены основные правила и рекомендации, которые следует использовать для получения репрезентативных проб. Различные виды водоемов (водоисточников) обуславливают некоторые особенности отбора проб в каждом случае.

*Пробы из рек и водных потоков.* Для определения влияния места сброса сточных вод и вод притоков, пробы отбирают выше по течению и в точке, где произошло полное смешение вод. Следует иметь в виду, что загрязнения могут быть неравномерно распространены по потоку реки, поэтому обычно пробы отбирают в местах максимально бурного течения, где потоки хорошо перемешиваются. Пробоотборники помещают вниз по течению потока, располагая на нужной глубине.

*Пробы из природных и искусственных озер.* Учитывая длительность существования озер, на первый план выступает мониторинг качества воды в течение длительного периода времени – нескольких лет, а также установление последствий антропогенных загрязнений воды. Слабопроточные водоемы имеют значительную неоднородность воды в горизонтальном направлении. Качество воды в озерах часто сильно различается по глубине из-за термальной стратификации, причиной которой могут быть фотосинтез в поверхностной зоне, подогрев воды, воздействие донных отложений и др. В больших глубоких водоемах может появляться также внутренняя циркуляция.

Следует отметить, что качество воды в водоемах (как озерах, так и реках) носит циклический характер, причем наблюдается суточная и сезонная цикличность. По этой причине ежедневные пробы следует отбирать в одно и то же время суток, а продолжительность сезонных исследований должна быть не менее 1 года. Это особенно важно для определения качества воды в реках, имеющих резко отличающиеся режимы – межень и паводок.

*Пробы влажных осадков* (дождя и снега) чрезвычайно чувствительны к загрязнениям, которые могут возникнуть в пробе при использовании недостаточно чистой посуды, попадании инородных (не атмосферного происхождения) частиц и др. Пробы влажных осадков не следует отбирать вблизи источников значительных загрязнений атмосферы – например, котельных или ТЭЦ, открытых складов материалов и удобрений, транспортных узлов и др. В подобных случаях проба осадков будет испытывать значительное влияние указанных локальных источников антропогенных загрязнений. Образцы осадков собирают в специальные емкости, приготовленные из нейтральных материалов. Дождевая вода собирается при помощи воронки (диаметром не менее 20 см) в

---

---

мерный цилиндр (или непосредственно в ведро) и хранится в них до анализа. Отбор проб снега обычно проводят, вырезая керны на всю глубину (до земли), причем делать это целесообразно в конце периода обильных снегопадов (в начале марта).

*Пробы грунтовых вод* отбирают для определения их пригодности в качестве источника питьевой воды, а также для технических или сельскохозяйственных целей; для определения влияния на качество грунтовых вод потенциально опасных хозяйственных объектов; при проведении мониторинга загрязнителей грунтовых вод. Грунтовые воды изучают, отбирая пробы из артезианских скважин, колодцев, родников. Качество воды в различных водоносных горизонтах может значительно различаться, поэтому при отборе пробы грунтовых вод следует оценить доступными способами глубину горизонта, из которого отобрана проба, возможные градиенты подземных потоков, информацию о составе подземных пород, через которые пролегает горизонт. Поскольку в точке отбора пробы могут создаваться концентрации различных примесей, отличные от их концентраций в водоносном слое, необходимо откачивать из скважины (или из родника, делая в нем углубление) воду в количестве, достаточном для обновления воды в скважине, водопроводе, углублении и т.п.

*Пробы воды из водопроводных сетей* отбирают в целях определения общего уровня качества водопроводной воды, поиска причин загрязнения распределительной системы, контроля степени возможного загрязнения питьевой воды продуктами коррозии и др. Для получения репрезентативных проб при отборе воды из водопроводных сетей соблюдают следующие правила:

- отбор проб проводят после спуска воды в течение 10–15 мин – времени, обычно достаточного для обновления воды с накопившимися загрязнителями;
- для отбора не используют концевые участки водопроводных сетей, а также участки с трубами малого диаметра (менее 1.2 см);
- для отбора используют, по возможности, участки с турбулентным потоком – краны вблизи клапанов, изгибов;
- при отборе проб вода должна медленно течь в пробоотборную емкость до ее переполнения.

Отбор проб с целью определения состава воды (но не качества!) проводится также при изучении *сточных вод, вод и пара котельных установок* и др. Подобные работы имеют, как правило, технологические цели, требуют от персонала специальной подготовки и соблюдения дополнительных правил безопасности.

При отборе проб следует обращать внимание на сопровождавшие отбор проб гидрологические и климатические условия, такие, как осадки и их обилие, паводки, межень и застойность водоема и др.

Пробы воды для анализа могут отбираться как непосредственно перед анализом, так и заблаговременно. Для отбора проб специалисты используют стандартные батометры либо бутылки вместимостью не менее 1 л, открывающиеся и наполняющиеся на требуемой глубине.

Посуда для отбора проб должна быть чистой. Посуду, предназначенную для отбора проб, предварительно тщательно моют, ополаскивают не менее трех

---

---

раз отбираемой водой и закупоривают стеклянными или пластмассовыми пробками, прокипяченными в дистиллированной воде. Между пробкой и отобранной пробой в сосуде оставляют воздух объемом 5–10 мл. В общую посуду отбирают пробу на анализ только тех компонентов, которые имеют одинаковые условия консервации и хранения. Отбор проб, не предназначенных для анализа сразу же (т.е. отбираемых заблаговременно), производится в герметично закрывающуюся стеклянную или пластмассовую (желательно фторопластовую) посуду вместимостью не менее 1 л.

Для получения достоверных результатов анализ воды следует выполнять как можно быстрее. В воде протекают процессы окисления-восстановления, сорбции, седиментации, биохимические процессы, вызванные жизнедеятельностью микроорганизмов и др. В результате некоторые компоненты могут окисляться или восстанавливаться: нитраты – до нитритов или ионов аммония, сульфаты – до сульфитов; кислород может расходоваться на окисление органических веществ и т.п. Соответственно могут изменяться и органолептические свойства воды – запах, привкус, цвет, мутность. Биохимические процессы можно замедлить, охладив воду до температуры 4–5 °С. Однако, даже владея полевыми методами анализа, не всегда можно выполнить анализ сразу же после отбора пробы. В зависимости от предполагаемой продолжительности хранения отобранных проб может возникнуть необходимость в их консервации. Универсального консервирующего средства не существует, поэтому пробы для анализа отбирают в несколько бутылей. В каждой из них воду консервируют, добавляя соответствующие химикаты в зависимости от определяемых компонентов.

В табл. 1 приведены способы консервации, а также особенности отбора и хранения проб. При анализе воды на некоторые показатели (например, растворенный кислород, фенолы, нефтепродукты) к отбору проб предъявляются особые требования. Так, при определении растворенного кислорода и сероводорода важно исключить контакт пробы с атмосферным воздухом, поэтому бутылки необходимо заполнять при помощи сифона – резиновой трубки, опущенной до дна склянки, обеспечивая переливание воды через край при переполнении склянки.

Не допускается применять

- серную кислоту для консервации проб, предназначенных для определения кальция, стронция, бария, радия, свинца;
- соляную кислоту для консервации проб, предназначенных для определения серебра, таллия, свинца, висмута, ртути, сурьмы;
- азотную кислоту для консервации проб, предназначенных для определения оловоорганических соединений, нитратов и нитритов.

**Таблица 1**

Способы консервации, особенности отбора и хранения проб

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
1. Активный хлор	Не консервируют	Несколько минут	–
2. Алюминий	Не консервируют	4 часа	
	3 мл конц. соляной кислоты (до pH 2)	2 сут.	–
3. Аммиак и ионы аммония	Не консервируют	2 часа	–
	То же	1 сут.	Хранить при 4°C
	2–4 мл хлороформа или 1 мл конц. серной кислоты	1–2 сут.	–
4. Биохимическое потребление кислорода (БПК)	Не консервируют	3 часа	В стеклянных бутылках
	То же	1 сут.	Хранить при 4°C
5. Взвешенные вещества	Не консервируют	4 часа	Перед анализом взболтать
6. Вкус и привкус	Не консервируют	2 часа	В стеклянных бутылках
7. Водородный показатель (pH)	Не консервируют	При отборе пробы	–
	То же	6 часов	В бутылки не оставлять пузырьков воздуха, предохранять от нагревания
8. Гидрокарбонаты	Не консервируют	2 сут.	–
9. Железо общее	Не консервируют	4 часа	–
	3 мл конц. соляной кислоты (до pH 2)	2 сут.	–
10. Жесткость общая	Не консервируют	2 сут.	–
11. Запах (без нагревания)	Не консервируют	2 часа	Отбирать только в стеклянные бутылки
12. Кальций	Не консервируют	2 сут.	–
13. Карбонаты	Не консервируют	2 сут.	–
14. Металлы тяжелые (медь, свинец, цинк)	Не консервируют	В день отбора	–
	3 мл азотной кислоты (до pH 2)	3 сут.	–
	То же	1 мес.	Хранить при 4°C
15. Мутность	Не консервируют	2 часа	Перед анализом взболтать
16. Нефтепродукты	Не консервируют	В день отбора	Отбирать в стеклянные бутылки, для анализа используют весь объем пробы
	2–4 мл хлороформа	5 сут.	–
	Экстракция на месте отбора	1 мес.	–
17. Никель	Не консервируют	В день отбора	–

Анализируемый показатель	Способ консервации и количество консерванта на 1 л воды	Максимальное время хранения пробы	Особенности отбора и хранения проб
	3 мл конц. азотной кислоты (до pH 2)	1 мес.	Хранить при 4°C
18. Нитраты	Не консервируют	2 часа	–
	2–4 мл хлороформа	3 сут.	Хранить при 4°C
19. Нитриты	Не консервируют	2 часа	–
	2–4 мл хлороформа	3 сут.	Хранить при 4°C
20. Окисляемость бихроматная (ХПК)	Не консервируют	4 часа	–
	10 мл серной кислоты	1 сут.	Хранить при 4°C
21. Окисляемость перманганатная	Не консервируют	4 часа	–
	50 мл раствора серной кислоты (1:3)	1 сут.	Хранить при 4°C, при определении учитывать количество прибавленной кислоты
22. Пенистость	Не консервируют	В день отбора	–
23. ПАВ, анионоактивные	Не консервируют	В день отбора	Хранить при 4°C
	2–4 мл хлороформа	1–2 сут.	–
24. Прозрачность	Не консервируют	4 часа	–
25. Растворенный кислород	Не консервируют	1 сут.	Отбирать в кислородные склянки и фиксировать на месте отбора
26. Сероводород (сульфиды)	Не консервируют	1 сут.	Фиксировать на месте отбора
27. Сульфаты	Не консервируют	7 сут.	–
28. Сухой остаток	Не консервируют	В день отбора	–
	2 мл хлороформа	1–2 сут.	–
29. Фенолы	Не консервируют	В день отбора	Отбирать в стеклянные бутылки
	4 г гидроксида натрия	1–2 сут.	Хранить при 4°C
30. Фосфаты (полифосфаты, общий фосфор)	Не консервируют	В день отбора	–
	2–4 мл хлороформа	1 сут.	–
31. Фториды	Не консервируют	7 сут.	Отбирать в полиэтиленовую посуду
32. Хлориды	Не консервируют	7 сут.	–
33. Хроматы (суммарно)	Не консервируют	В день отбора	Возможна адсорбция хроматов стенками бутылки
	3 мл азотной кислоты (до pH 2)	1–2 сут.	То же
34. Цветность	Не консервируют	В день отбора пробы	–
	2–4 мл хлороформа	1–2 сут.	–



---

---

Консервация пробы не обеспечивает постоянства состава воды неограниченно долго. Она лишь сохраняет на определенное время соответствующий компонент в воде, что позволяет доставить пробы к месту анализа. В протоколах отбора и анализа проб обязательно указываются даты отбора и анализа проб.

## ОБЩАЯ ХАРАКТЕРИСТИКА КАЧЕСТВА ВОД

По нормативам качества, определяющим наличие и допустимые концентрации примесей, различают воды: питьевая вода, природные воды водоемов хозяйственно-питьевого, культурно-бытового и рыбохозяйственного назначения и сточные воды (нормативно-очищенные, стоки неизвестного происхождения, ливневые). Иногда выделяют также различные виды источников водопотребления, например водопровод, колодцы, артезианские скважины, подземные источники и поверхностные источники и др. Подобное выделение проводится в тех случаях, когда необходимо учесть специфику источника либо когда можно ожидать какие-либо характерные способы загрязнения воды, а также пути распространения загрязнений.

Нормативы качества воды различных источников – предельно-допустимые концентрации (ПДК), ориентировочные допустимые уровни (ОДУ) и ориентировочно-безопасные уровни воздействия (ОБУВ) – содержатся в нормативно-технической литературе, составляющей *водно-санитарное законодательство*, к которым относятся и Государственные стандарты (ГОСТы).

Среди нормативов качества воды устанавливаются *лимитирующие показатели вредности* – органолептические, санитарно-токсикологические или обще-санитарные. Лимитирующий показатель вредности объединяет группу нормативов для веществ, вредное воздействие которых на организм человека и окружающую среду наиболее выражено именно в данном отношении. Так, к органолептическим лимитирующим показателям относятся нормативы для тех веществ, которые вызывают неудовлетворительную органолептическую оценку (по вкусу, запаху, цвету, пенности) при концентрациях, находящихся в пределах допустимых значений. Например, ПДК для фенола, устанавливаемая по наличию запаха, составляет 0.001 мг/л при условии хлорирования воды и 0.1 мг/л – в отсутствие хлорирования. К *органолептическим* лимитирующим показателям относят также ПДК для имеющих окраску соединений хрома (VI) и хрома (III), имеющих запах и характерный привкус керосина и хлорофоса, образующего пену сульфолана и т.п. Лимитирующие *общесанитарные* показатели устанавливаются в виде нормативов для относительно малотоксичных и нетоксичных соединений – например, уксусной кислоты, ацетона, дибутилфталата и т.п. Для остальных (основной массы) вредных веществ установлены как лимитирующие *санитарно-токсикологические* показатели вредности.

### Органолептические показатели

---

---

Любое знакомство со свойствами воды начинается с определения органолептических показателей, т.е. таких, для определения которых мы пользуемся нашими органами чувств (зрением, обонянием, вкусом). Органолептическая оценка дает как прямую, так и косвенную информацию о составе воды и может быть проведена быстро и без каких-либо приборов. К органолептическим характеристикам относятся цветность, мутность (прозрачность), запах, вкус и привкус, пенистость.

Органолептическая оценка качества воды – обязательная начальная процедура санитарно-химического контроля воды. Международные стандарты устанавливают специальные требования к дегустаторам (лицам, привлекаемым к органолептической оценке) и методам проведения дегустации. Например, установлено 3 квалификационных уровня дегустаторов: консультант, квалификационный консультант и эксперт; для проведения органолептического анализа выделяются специально оборудованные помещения и др. Перед исследованием запаха или вкуса проводят предварительные испытания образца, свободного от посторонних запахов или привкуса, и такой образец шифрованным образом включается в серию анализируемых проб. При корректной оценке органолептических показателей (т.е. с использованием таблиц, шкал, различных критериев сопоставления) специалисты говорят об органолептических измерениях.

*Цветность* – естественное свойство природной воды, обусловленное присутствием гуминовых веществ и комплексных соединений железа. Цветность воды может определяться свойствами и структурой дна водоема, характером водной растительности, прилегающих к водоему почв, наличием в водосборном бассейне болот и торфяников и др. Удовлетворительная цветность воды устраняет необходимость определения тех загрязнителей, ПДК которых установлены по цветности (лимитирующий показатель – органолептический). К таким загрязнителям относятся многие красители и соединения, образующие интенсивно окрашенные растворы и имеющие высокий коэффициент светопоглощения. Цветность воды определяют *визуально* или *фотометрически* сравнением окраски пробы с окраской условной 1000-градусной шкалы цветности воды, приготавливаемой из смеси бихромата калия  $K_2Cr_2O_7$  и сульфата кобальта  $CoSO_4$ . Для воды поверхностных водоемов этот показатель допускается не более 20 градусов по шкале цветности. Если окраска воды не соответствует природному тону, а также при интенсивной естественной окраске, определяют высоту столба жидкости, при котором обнаруживается окраска, а также качественно характеризуют цвет воды. Соответствующая высота столба воды не должна превышать: для воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения – 20 см; культурно-бытового назначения – 10 см. Можно определять цветность качественно, характеризуя цвет воды в пробирке высотой 10–12 см (например, бесцветная, слабо-желтая, желтая, буроватая и т.д.).

## Лабораторная работа № 1

### Визуальное качественное определение цветности

Заполните стеклянную пробирку высотой 15-20 см водой до высоты 10–12 см. Определите цветность воды, рассматривая пробирку сверху на белом фоне (лист белой бумаги) при достаточном боковом освещении (дневном, искусственном). Отметьте наиболее подходящую окраску: слабо-желтоватая, коричневатая, светло-желтоватая, красно-коричневатая, желтая, интенсивно-желтая, другая (укажите какая).

### Лабораторная работа № 2

#### Фотометрическое качественное определение цветности

Цвет воды определяют измерением ее оптической плотности на спектрофотометре при различных длинах волн проходящего света. При определении цветности пробы не консервируют. Определение проводят через 2 часа после отбора пробы.

Профильтруйте анализируемую воду, отбросьте первые порции фильтрата. Оптическую плотность измеряйте при толщине слоя 10 см, вторую кювету прибора заполните дистиллированной водой. Длина волны света, максимально поглощаемого водой, является характеристикой ее цвета (видимый цвет раствора является дополнительным к цвету поглощаемого излучения) (таблица 2). Значение оптической плотности исследуемой воды при длине волны, близкой к максимуму поглощения, является мерой интенсивности ее окраски. Зафиксируйте значения оптической плотности, полученные для разных светофильтров. На основании полученных данных сделайте вывод о цвете воды.

Таблица 2

Длина волны спектра и соответствующие окраски

Длина волны поглощаемого света, нм	Цвет поглощаемого излучения	Дополнительный (видимый) цвет раствора
400-450	Фиолетовый	Желто-зеленый
450-480	Синий	Желтый
480-490	Зелено-синий	Оранжевый
490-500	Сине-зеленый	Красный
500-560	Зеленый	Пурпурный
560-575	Желто-зеленый	Фиолетовый
575-590	Желтый	Синий
590-605	Оранжевый	Зелено-синий
605-730	Красный	Сине-зеленый
730-760	Пурпурный	Зеленый

*Запах воды* обусловлен наличием в ней летучих пахнущих веществ, которые попадают в воду естественным путем либо со сточными водами. Практически все органические вещества (в особенности жидкие) имеют запах и передают его воде. Обычно запах определяют при нормальной (20°C) и при повышенной (60°C) температуре воды. Запах по характеру подразделяют на две

группы, описывая его субъективно по своим ощущениям: естественного происхождения (от живущих и отмерших организмов, от влияния почв, водной растительности и т.п.); искусственного происхождения. Такие запахи обычно значительно изменяются при обработке воды. Запахи естественного происхождения: землистый, гнилостный, плесневый, торфяной, травянистый и др. Запахи искусственного происхождения: нефтепродуктов (бензиновый и др.), хлорный, уксусный, фенольный и др. Интенсивность запаха оценивают по 5-ти балльной шкале.

### Лабораторная работа № 3

#### Определение запаха воды

Заполните колбу на 250–500 мл водой на 1/3 объема и закройте пробкой. Взболтайте содержимое колбы вращательным движением руки. Откройте колбу и сразу же определите характер и интенсивность запаха. **Воздух вдыхайте осторожно, не допуская глубоких вдохов!** Если запах сразу не ощущается или возникают затруднения с его обнаружением (запах неотчетливый), испытание можно повторить, нагрев воду в колбе до температуры 60 °С, опустив колбу в горячую воду. Пробку из колбы предварительно выньте. Интенсивность запаха определите по пятибалльной шкале согласно табл. 3.

Таблица 3

Характер и интенсивность запаха

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

Для питьевой воды допускается запах не более 2 баллов.

### Лабораторная работа № 4

---

---

### Количественное определение интенсивности запаха воды

Определите количественно интенсивность запаха как степень разбавления анализируемой воды водой, лишенной запаха (такую воду можно приготовить обработкой активированным углем в количестве 0.6 г угля на 1 л воды с последующим фильтрованием воды через бумажный фильтр, либо пропустив воду через бытовой фильтр для очистки воды). Для этого в коническую колбу для титрования поместите 100 мл воды с запахом и приливайте к ней по 50 мл воды, лишенной запаха, до тех пор, пока не перестанете чувствовать запах. Определите «пороговое число» запаха  $N$ :

$$N = \frac{V_0}{V_A}$$

где:  $V_0$  – суммарный объем воды (с запахом и без запаха);  $V_A$  – объем анализируемой воды (с запахом), мл.

Если анализируемая вода содержит какое-либо пахнущее вещество, то описанным способом можно определить его концентрацию в пробе. Для этого предварительно определяют «пороговое число» запаха стандартного раствора этого пахучего вещества известной концентрации. Тогда концентрация этого вещества в пробе ( $C_x$ ) в мг/л будет равна:

$$C_x = C_0 \times \frac{N_0}{N_x}$$

где:  $C_0$  – концентрация определяемого вещества в стандартном растворе, мг/л;  $N_0$  и  $N_x$  – «пороговое число» запаха стандартного раствора и пробы соответственно.

Определение порогового числа избавляет от необходимости определять количественное содержание в воде тех веществ, для которых ПДК установлено по органолептическому показателю – запаху (например, для фенолов и хлорфенолов).

*Вкус и привкус.* Оценку вкуса воды проводят у питьевой природной воды при отсутствии подозрений на ее загрязненность. Различают 4 вкуса: соленый, кислый, горький, сладкий. Остальные вкусовые ощущения считаются привкусами (солонюватый, горьковатый, металлический, хлорный и т.п.).

### Лабораторная работа № 5

#### Определение вкуса и привкуса воды

При определении вкуса и привкуса анализируемую воду набирают в рот (например, из колбы после определения запаха) и задерживают на 3–5 сек, не проглатывая. После определения вкуса воду сплевывают. Интенсивность вкуса и привкуса оценивают по 5-балльной шкале (табл. 4).

Для питьевой воды допускаются значения показателей вкуса и привкуса не более 2 баллов.

**Таблица 4**

Характер и интенсивность вкуса и привкуса

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

*Мутность и прозрачность.* Мутность воды обусловлена содержанием взвешенных в воде мелкодисперсных примесей – нерастворимых или коллоидных частиц различного происхождения. Мутность воды обуславливают и некоторые другие характеристики воды – такие, как наличие осадка, который может отсутствовать, быть незначительным, заметным, большим, очень большим, измеряясь в миллиметрах; наличие взвешенных веществ или грубодисперсных примесей, – определяются гравиметрически после фильтрования пробы, по привесу высушенного фильтра. Этот показатель обычно малоинформативен и имеет значение, главным образом, для сточных вод. Прозрачность, измеряется как высота столба воды, при взгляде сквозь который можно различать узнаваемый знак (отверстия на диске, стандартный шрифт, крестообразная метка и т.п.).

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. В последнем случае пробу описывают качественно следующим образом: прозрачная; слабо опалесцирующая; опалесцирующая; слабо мутная; мутная; очень мутная (ГОСТ 1030). Международный стандарт ИСО 7027 описывает также полевой метод определения мутности (а также прозрачности) воды с использованием специального диска, известного как диск Секки. Диск Секки представляет собой диск, отлитый из бронзы (или другого металла с большим удельным весом), покрытый белым пластиком или белой краской и прикрепленный к цепи (стержню, нерастягивающемуся шнуру и т.п.). Диск обычно имеет диаметр 200 мм с шестью отверстиями, каждое диаметром 55 мм, расположенными по кругу диаметром 120 мм. При определении мутности с помощью диска его опускают в воду настолько, чтобы он был едва заметен. Измеряют максимальную длину

---

---

погруженной цепи (шнура), при которой диск еще заметен. Измерения повторяют несколько раз, т.к. возможно мешающее влияние отражения света от водной поверхности. Для значений, меньших 1 м, результат приводят с точностью до 1 см; для значений больших, чем 1 м, – с точностью до 0.1 м. Данный метод удобен тем, что позволяет использовать для анализа мосты, наклоненные над водой деревья, обрывистые берега и др. В некоторых случаях анализ можно проводить и с берега, привязав шнур к длинной палке.

*Прозрачность*, или светопропускание, воды обусловлена ее цветом и мутностью, т.е. содержанием в ней различных окрашенных и минеральных веществ. Прозрачность воды часто определяют наряду с мутностью, особенно в тех случаях, когда вода имеет незначительные окраску и мутность, которые затруднительно обнаружить приведенными выше методами. Прозрачность определяют приведенным выше методом с использованием диска Секки, а также по высоте столба воды, который позволяет различать на белой бумаге стандартный шрифт. Последний метод, регламентированный ИСО 7027, позволяет судить о прозрачности воды практически в любых условиях и на любом водоеме, независимо от его глубины, наличия мостов, погодных условий и др. Следует отметить, что на прозрачность воды может влиять не только наличие взвешенных частиц, но и окраска (цветность) воды.

### **Лабораторная работа № 6** **Качественное определение мутности**

Заполните анализируемой водой мутномерную пробирку на высоту 10 см. Определите мутность воды, рассматривая пробирку сверху на темном фоне при достаточном боковом освещении (дневном, искусственном). Выберите подходящее определение: вода прозрачная; слабо опалесцирующая; опалесцирующая; слабо мутная; мутная; очень мутная.

Метод количественного определения прозрачности основан на определении высоты водяного столба, при которой еще можно визуально различить (прочитать) черный шрифт высотой 3.5 мм и шириной линии 0.35 мм на белом фоне или увидеть юстировочную метку (например, черный крест на белой бумаге). Используемый метод является унифицированным и соответствует ИСО 7027. Проведению анализа могут мешать вещества, окрашивающие воду, а также пузырьки воздуха.

### **Лабораторная работа № 7** **Количественное определение мутности и прозрачности**

Трубку для определения прозрачности (длина 600 мм, диаметр 25 мм) закрепите в штативе. Пробу воды тщательно перемешайте и поместите в трубку. Трубку защитите от бокового освещения экраном и поместите на ламинированный образец шрифта (высота 3.5 мм, ширина линии 0.35 мм) или юстировочную метку (черный крест на белой бумаге). Прозрачность пробы наблюдайте сверху через открытое отверстие трубки при достаточном освещении от источника, расположенного сверху. Постепенно понижайте уровень пробы в

---

---

трубке, отбирая пипеткой воду до тех пор, пока не станет виден шрифт или юстировочная метка. Определите максимальную высоту жидкости  $h$ , мм, при которой различим шрифт (или метка), по делениям на трубке. Полученные данные о высоте жидкости приводите с точностью до 10 мм.

*Пенистость.* Пенистостью считается способность воды сохранять искусственно созданную пену. Данный показатель может быть использован для качественной оценки присутствия таких веществ, как детергенты (поверхностно-активные вещества) природного и искусственного происхождения и др. Пенистость определяют, в основном, при анализе сточных и загрязненных природных вод.

### **Лабораторная работа № 8** **Определение пенистости**

Колбу на 0.5 л заполните на 1/3 водой, взбалтывайте около 30 сек. Проба считается положительной, если пена сохраняется более 1 мин. Величина рН воды при этой процедуре должна быть 6.5 – 8.5 (при необходимости воду необходимо нейтрализовать).

## **ОБЩИЕ И СУММАРНЫЕ ПОКАЗАТЕЛИ КАЧЕСТВА ВОД**

*Температура* является важной гидрологической характеристикой водоема, показателем возможного теплового загрязнения. Измерения температуры воды необходимы также при выполнении некоторых гидрохимических анализов (растворенный кислород, БПК). Тепловое загрязнение водоема происходит обычно в результате использования воды для отвода избыточного тепла и сбрасывания воды с повышенной температурой в водоем. При тепловом загрязнении происходит повышение температуры воды в водоеме по сравнению с естественными значениями температур в тех же точках в соответствующие периоды сезона. Тепловое загрязнение опасно тем, что вызывает интенсификацию процессов жизнедеятельности и ускорение естественных жизненных циклов водных организмов, изменение скоростей химических и биохимических реакций, протекающих в водоеме. В условиях теплового загрязнения значительно изменяются кислородный режим и интенсивность процессов самоочищения водоема, изменяется интенсивность фотосинтеза и др. В результате этого нарушается, часто необратимо, природный баланс водоема, складываются особые экологические условия, негативно сказывающиеся на животном и растительном сообществе.

Проводить измерение температуры следует в нескольких точках водоема, отстоящих друг от друга на несколько сот метров: в месте, где ожидается тепловое загрязнение, и в контрольной точке (температурный фон). Необходимо учитывать, что в выбранных точках должны быть близкие физические и гидрологические условия: скорость течения, глубина, продуваемость, освещенность солнцем и др. Если изучается проточный водоем, то точка контроля



---

---

должна быть выше по течению. Следует избегать измерения температуры в местах возможного естественного прогрева воды – на отмелях, в зарослях водных растений и т.п., так как в подобных местах температура обычно значительно превосходит общий температурный фон. Температура воды определяется непосредственно на водоеме калиброванным термометром с ценой деления 0.1 – 0.5 °С (в отдельных случаях оправдано измерение с ценой деления 1 °С). Термометр устанавливают в пробоотборнике, который размещают на выбранной глубине, и выдерживают на нужной глубине не менее 5 – 10 мин, после чего пробоотборник поднимают и, не вынимая термометр, сразу же определяют температуру. При глубоководных измерениях необходимо использовать пробоотборники опрокидывающегося типа, заполняемые водой на требуемой глубине. Температуру поверхностных слоев определяют, опуская термометр на глубину 15 – 20 см. Температура в поверхностных слоях воды может значительно (на 3–5 °С и более) отличаться от температуры на глубинах в несколько метров. Предметом особого внимания должны быть впадающие в водоем реки, каналы и сточные канавы. При наличии впадающих в водоем притоков (сточных канав, ручьев, рек) определите температуру также в зонах смешения воды в местах их впадения в водоем. При наличии разницы в измеренных температурах в несколько градусов ( $\geq 3$ ) можно говорить о тепловом загрязнении водоема.

Погрешность измерения температуры можно свести к минимуму, выполняя следующие правила:

- для измерений используйте только калиброванный термометр (откалибровать термометр или проверить его точность можно, опустив его в тающий лед (0°С) и в кипящую воду (100°С));
- измеряйте температуру в разных точках одним и тем же термометром;
- результатом измерения считайте среднее арифметическое нескольких наблюдений.

*Грубодисперсные примеси (взвешенные вещества).* Количественное определение грубодисперсных примесей следует, по возможности, проводить сразу же после отбора пробы. Для определения примесей их отделяют, фильтруя воду через различные пористые материалы: мембранные фильтры, стеклянные или фарфоровые фильтрующие пластинки. Бумажные фильтры нежелательны вследствие гигроскопичности фильтровальной бумаги. При указании результатов определения грубодисперсных примесей необходимо указывать размер пор используемого фильтра.

### **Лабораторная работа № 9**

#### **Определение содержания грубодисперсных примесей**

Определенный объем воды (100 – 500 мл, в зависимости от количества грубодисперсных примесей) профильтруйте через предварительно высушенный при 60 °С и взвешенный фильтр (Не забудьте указать размер пор фильтра!). Фильтр с осадком высушите при 60 °С в течение 1 часа, затем взвесьте. Рассчитайте содержание грубодисперсных примесей (ГП, г/л):

---

---

$$ГП = \frac{(m_1 - m_0) \times 1000}{V}$$

где  $m_1$  – масса фильтра с осадком, г;  $m_0$  – масса фильтра без осадка, г;  $V$  – объем профильтрованной анализируемой воды, мл.

*Водородный показатель (рН).* Для всего живого в воде (за исключением некоторых кислотоустойчивых бактерий) минимально возможная величина рН = 5; дождь, имеющий рН < 5.5, считается кислотным дождем. В питьевой воде допускается рН 6.0 – 9.0; в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования – 6.5 – 8.5. Величина рН природной воды определяется, как правило, соотношением концентраций гидрокарбонат-ионов и свободного  $CO_2$ . Пониженное значение рН характерно для болотных вод за счет повышенного содержания гуминовых и других природных кислот. Измерение рН при контроле качества природной и питьевой воды проводится практически повсеместно. Для определения рН используют рН-метрию и визуальную колориметрию. рН-метрия предполагает измерение водородного показателя с помощью стационарных (лабораторных) приборов – рН-метров, в то время как визуально-колориметрическое определение проводят с использованием портативных тест-комплектов, основанных на реакции универсального или комбинированного индикатора с водородными ионами, сопровождающейся изменением окраски раствора. Точность измерения водородного показателя с помощью рН-метра может быть высока (до 0.1 единиц рН и менее), с помощью визуально-колориметрических тест-комплектов – около 0.5 единиц рН. В некоторых случаях – для быстрого (сигнального) анализа неизвестных растворов – используется рН-индикаторная бумага, имеющая точность определения рН не более  $\pm 1$ , что недостаточно для выполнения анализа природной и питьевой воды.

#### *Щелочность и кислотность.*

*Щелочность* обусловлена присутствием в воде следующих веществ:

1) сильные щелочи (KOH, NaOH) и летучие основания (например,  $NH_3 \times H_2O$ ), а также анионы, обуславливающие высокую щелочность в результате гидролиза в водном растворе при рН > 8.4 ( $CO_3^{2-}$ ,  $S^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$ ,  $SiO_3^{2-}$  и др.);

2) слабые основания и анионы летучих и нелетучих слабых кислот ( $HCO_3^-$ ,  $H_2PO_4^-$ ,  $HPO_4^{2-}$ ,  $CH_3COO^-$ ,  $HS^-$ , анионы гуминовых кислот и др.).

Щелочность пробы воды измеряется в единицах нормальности и определяется количеством сильной кислоты (обычно используют соляную кислоту с концентрацией 0.05 или 0.1 н), израсходованной на нейтрализацию раствора. При нейтрализации до значений рН 8.0 – 8.2 в качестве индикатора используют фенолфталеин. Определяемая таким образом величина называется *свободной щелочностью*. При нейтрализации до значений рН 4.2 – 4.5 в качестве индикатора используют метиловый оранжевый. Определяемая таким образом величина называется *общей щелочностью*. При рН = 4.5 проба воды имеет нулевую щелочность. Соединения первой группы из приведенных выше определяются по фенолфталеину, второй – по метилоранжу. Щелочность природных вод в силу их контакта с атмосферным воздухом и известняками обусловлена, главным образом, содержанием в них гидрокарбонатов и

---

---

карбонатов, которые вносят значительный вклад в минерализацию воды. Соединения первой группы могут содержаться также в сточных и загрязненных поверхностных водах.

Аналогично щелочности иногда, главным образом при анализе сточных и технологических вод, определяют кислотность воды. *Кислотность* воды обусловлена содержанием в воде следующих веществ:

- 1) сильные кислоты: соляная, азотная, серная;
- 2) слабые кислоты: уксусная; сернистая; угольная; сероводородная и т.п.;
- 3) катионы слабых оснований: аммоний ( $NH_4^+$ ); катионы органических аммонийных соединений.

Кислотность пробы воды измеряется в единицах нормальности и определяется количеством сильной щелочи (обычно используют растворы  $KOH$  или  $NaOH$  с концентрацией 0.05 или 0.1 н), израсходованной на нейтрализацию раствора. Аналогично показателю щелочности, различают свободную и общую кислотность. *Свободная кислотность* определяется при титровании до значений рН 4.3 – 4.5 в присутствии индикатора метилового оранжевого. В этом диапазоне оттитровываются  $HCl$ ,  $HNO_3$ ,  $H_2SO_4$ ,  $H_3PO_4$ . *Общая кислотность* определяется при титровании до значений рН 8.2 – 8.4 в присутствии фенолфталеина. В этом диапазоне оттитровываются слабые кислоты – органические, угольная, сероводородная, катионы слабых оснований. *Естественная кислотность* обусловлена содержанием слабых органических кислот природного происхождения (например, гуминовых кислот). Загрязнения, придающие воде повышенную кислотность, возникают при кислотных дождях, при попадании в водоемы не прошедших нейтрализацию сточных вод промышленных предприятий и др.

### Лабораторная работа № 10 Определение кислотности

#### 1) *Определение общей кислотности (ОК).*

К 50 мл анализируемой воды добавьте несколько капель индикатора фенолфталеина и оттитруйте 0.1000 н раствором гидроксида натрия до появления не исчезающего розового окрашивания. Измерьте объем щелочи, затраченный на титрование ( $V_{NaOH}$ ).

$$ОК \text{ (Г-ЭКВ/Л)} = \frac{C_{NaOH} V_{NaOH}^{\Phi\Phi}}{V_{H_2O}}$$

#### 2) *Определение свободной кислотности (СК).*

К 50 мл анализируемой воды добавьте несколько капель метилового оранжевого и оттитруйте 0.1000 н раствором гидроксида натрия до изменения окраски от розовой до оранжевой. Измерьте объем щелочи, затраченный на титрование ( $V_{NaOH}$ ).

$$СК \text{ (Г-ЭКВ/Л)} = \frac{C_{NaOH} V_{NaOH}^{MO}}{V_{H_2O}}$$

*Растворенный кислород.* Кислород постоянно присутствует в растворенном виде в поверхностных водах. Содержание растворенного кислорода (РК) в воде характеризует кислородный режим водоема и имеет важнейшее

---

---

значение для оценки его экологического и санитарного состояния. Кислород должен содержаться в воде в достаточном количестве, обеспечивая условия для дыхания гидробионтов. Он также необходим для самоочищения водоемов, т.к. участвует в процессах окисления органических и других примесей, разложения отмерших организмов. Снижение концентрации РК свидетельствует об изменении биологических процессов в водоеме, о загрязнении водоема биохимически интенсивно окисляющимися веществами (в первую очередь органическими). Потребление кислорода обусловлено также химическими процессами окисления содержащихся в воде примесей, а также дыханием водных организмов. Поступление кислорода в водоем происходит путем растворения его при контакте с воздухом (абсорбции), а также в результате фотосинтеза водными растениями, т.е. в результате физико-химических и биохимических процессов. Кислород также поступает в водные объекты с дождевыми и снеговыми водами. Поэтому существует много причин, вызывающих повышение или снижение концентрации в воде растворенного кислорода. Растворенный в воде кислород находится в виде гидратированных молекул  $O_2$ . Содержание РК зависит от температуры, атмосферного давления, степени турбулизации воды, количества осадков, минерализации воды др. При каждом значении температуры существует равновесная концентрация кислорода, которую можно определить по специальным справочным таблицам, составленным для нормального атмосферного давления. Степень насыщения воды кислородом, соответствующая равновесной концентрации, принимается равной 100%. Растворимость кислорода возрастает с уменьшением температуры и минерализации и с увеличением атмосферного давления. В поверхностных водах содержание растворенного кислорода может колебаться от 0 до 14 мг/л и подвержено значительным сезонным и суточным колебаниям. В сильно загрязненных органическими соединениями водных объектах может иметь место значительный дефицит кислорода. Уменьшение концентрации РК до 2 мг/л вызывает массовую гибель рыб и других гидробионтов. В воде водоемов в любой период года до 12 часов дня концентрация РК должна быть не менее 4 мг/л. ПДК растворенного в воде кислорода для рыбохозяйственных водоемов установлена 6 мг/л (для ценных пород рыбы) либо 4 мг/л (для остальных пород). Растворенный кислород является весьма неустойчивым компонентом химического состава вод. При его определении особо тщательно следует проводить отбор проб: необходимо избегать контакта воды с воздухом до фиксации кислорода (связывания его в нерастворимое соединение). Содержание РК определяют как в незагрязненных природных водах, так и в сточных водах после очистки. Процессы очистки сточных вод всегда сопровождаются контролем содержания кислорода. Определение РК является частью анализа при определении другого важнейшего показателя качества воды – биохимического потребления кислорода (БПК). Определение концентрации РК в воде проводится методом йодометрического титрования – методом Винклера. Метод определения концентрации РК основан на способности гидроксида марганца (II) окисляться в щелочной среде до гидроксида марганца (IV), количественно связывая при этом кислород. В кислой среде гидроксид марганца (IV) снова переходит в двухвалентное состояние, окисляя при этом эквивалентное связанному кислороду количество йода.

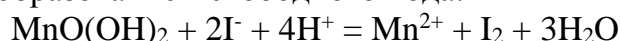
---

---

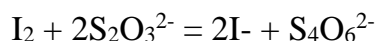
Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в качестве индикатора. Определение РК проводится в несколько этапов. Сначала в анализируемую воду добавляют соль Mn (II), который в щелочной среде реагирует с растворенным кислородом с образованием нерастворимого дегидратированного гидроксида Mn (IV):



Таким образом производится фиксация, т.е. количественное связывание, кислорода в пробе. Фиксация РК, являющегося неустойчивым компонентом в составе воды, должна быть проведена сразу после отбора пробы. Далее к пробе добавляют раствор сильной кислоты (как правило, соляной или серной) для растворения осадка и раствор йодида калия, в результате чего протекает химическая реакция с образованием свободного йода:



Затем свободный йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала, который добавляют для лучшего определения момента окончания титрования:



$\text{I}_2 + \text{крахмал} \rightarrow \text{синее окрашивание}$

О завершении титрования судят по исчезновению синей окраски (обесцвечиванию) раствора в точке эквивалентности. Количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, пропорционально концентрации растворенного кислорода.

В ходе анализа воды определяют концентрацию РК (в мг/л) и степень насыщения им воды (в %) по отношению к равновесному содержанию при данных температуре и атмосферном давлении. В сточных и загрязненных поверхностных водах могут присутствовать компоненты, оказывающие мешающее влияние и искажающие результаты определения РК методом Винклера. К таким компонентам относятся следующие загрязняющие вещества:

1) Взвешенные и окрашенные вещества. Они могут помешать определению, адсорбируя йод на своей поверхности или химически взаимодействуя с ним. При наличии в анализируемой воде взвешенных веществ их отделяют отстаиванием (не фильтрованием!) либо осветлением при добавлении раствора алюмокалиевых квасцов и аммиака.

2) Биологически активные взвешенные вещества (например, активный ил биохимических очистных сооружений). Пробы сточных вод, содержащие плохо оседающие взвешенные вещества, которые могут вызвать снижение концентрации кислорода вследствие продолжающейся жизнедеятельности микроорганизмов, необходимо осветлять также прибавлением раствора алюмокалиевых квасцов при одновременном добавлении токсичного для микроорганизмов вещества (растворов сульфаминовой кислоты, хлорида ртути или сульфата меди) сразу после отбора пробы.

3) Восстановители, реагирующие с выделенным йодом в кислой среде (сульфиты, тиосульфаты, сульфиды). Для устранения влияния восстановителей используют метод Росса, основанный на добавках к пробам растворов гипохлорита натрия  $\text{NaOCl}$ , хлорной извести  $\text{CaOCl}_2$  и роданида калия  $\text{KNCS}$ .

---

---

4) Окислители, выделяющие йод из йодида калия (активный хлор, нитриты, катионы железа (III) и др.). Влияние железа (III) устраняется добавлением раствора фторида калия. Влияние нитритов, которые часто встречаются в природных и сточных водах, устраняют добавлением раствора сульфаниловой кислоты.

Процесс определения РК проводится в кислородных калиброванных склянках и включает следующие этапы:

- специальную обработку пробы для устранения мешающего влияния примесей (выполняется при необходимости);
- фиксацию кислорода, проводимую немедленно после заполнения кислородной склянки;
- титрование.

При выполнении анализа несколько раз повторяются следующие операции.

### **Лабораторная работа № 11**

#### **Определение растворенного кислорода и степени насыщения воды кислородом**

Перед отбором пробы воды из водоема измерьте и зафиксируйте атмосферное давление и температуру воды в водоеме. Отберите пробу воды в склянку с мешалкой, заполнив водой весь объем склянки. Закройте склянку пробкой так, чтобы в склянке не осталось пузырьков воздуха.

Введите в склянку разными пипетками 1 мл 2.5 М раствора соли марганца, затем 1 мл 15 % раствора йодида калия и 1 – 2 капли 10 % раствора сульфаминовой кислоты (если вода не содержит нитритов или их содержание менее 0.05 мг/л, раствор сульфаминовой кислоты можно не добавлять), после чего закройте склянку пробкой. Перемешайте содержимое склянки с помощью имеющейся внутри мешалки, держа склянку в руке. Дайте отстояться образующемуся осадку не менее 10 мин. Склянку с фиксированной пробой можно хранить в затемненном месте не более 1 суток.

Введите в склянку пипеткой 2 мл раствора серной кислоты (1:2), погружая пипетку до осадка (не взмучивать!) и постепенно поднимая ее вверх по мере опорожнения. Склянку закройте пробкой и содержимое перемешайте до растворения осадка. Содержимое склянки полностью перенесите в коническую колбу на 250 мл. Бюретку заполните раствором тиосульфата натрия (0.02 н) и титруйте пробу до слабо желтой окраски. Затем добавьте пипеткой 1 мл 0.5 % раствора крахмала (раствор в колбе синее) и продолжайте титрование до полного обесцвечивания раствора. Определите общий объем раствора тиосульфата, израсходованный на титрование (как до, так и после добавления раствора крахмала).

Рассчитайте массовую концентрацию РК в анализируемой пробе воды ( $C_{PK}$ ) в мг/л:

$$C_{PK} = \frac{\mathcal{E}_O C_T V_T \times 1000}{V - V_1}$$

где:  $\mathcal{E}_O$  – эквивалентная масса атомарного кислорода (8);  $C_T$  – нормальная концентрация раствора тиосульфата натрия (0.0200 н),  $V_T$  – общий объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование (до и после добавления

раствора крахмала), мл;  $V$  – внутренний объем калиброванной кислородной склянки с закрытой пробкой (определяется заранее для каждой склянки отдельно), мл;  $V_1$  – суммарный объем растворов хлорида марганца и йодида калия, добавленных в склянку при фиксации РК, а также мешалки, мл (рассчитывается как  $V_1 = 1 + 1 + 0.5 = 2.5$  мл); 1000 – коэффициент пересчета единиц измерения из г/л в мг/л.

Для определения степени насыщения воды кислородом по таблице 5 определите величину концентрации насыщенного раствора кислорода в воде ( $C_{насыщ}$ , мг/л), исходя из температуры воды, зафиксированной в момент отбора пробы. Далее рассчитайте степень насыщения воды кислородом ( $R$ ) в % с учетом фактической величины атмосферного давления по формуле:

$$R = \frac{C_{PK} \times 100 \times 760}{C_{насыщ} P}$$

где 100 – коэффициент пересчета единиц измерения из мг/л в %; 760 – нормальное атмосферное давление, мм рт. ст.;  $C_{насыщ}$  – величина концентрации насыщенного раствора кислорода для условий отбора, определенная по таблице 5;  $P$  – фактическая величина атмосферного давления в момент отбора пробы.

**Таблица 5**

Зависимость равновесной концентрации кислорода в воде ( $C_{насыщ}$ ) от температуры (атмосферное давление – 760 мм рт. ст.)

t, °C	$C_{насыщ}$ (мг/л)	t, °C	$C_{насыщ}$ (мг/л)	t, °C	$C_{насыщ}$ (мг/л)	t, °C	$C_{насыщ}$ (мг/л)
0	14,65	8	11,84	16	9,82	24	8,33
1	14,25	9	11,55	17	9,61	25	8,18
2	13,86	10	11,27	18	9,40	26	8,02
3	13,49	11	11,00	19	9,21	27	7,87
4	13,13	12	10,75	20	9,02	28	7,72
5	12,79	13	10,50	21	8,84	29	7,58
6	12,46	14	10,26	22	8,67	30	7,44
7	12,14	15	10,03	23	8,50	16	9,82

#### *Биохимическое потребление кислорода (БПК)*

В природной воде водоемов всегда присутствуют органические вещества. Их концентрации могут быть иногда очень малы (например, в родниковых и талых водах). Природными источниками органических веществ являются разрушающиеся останки организмов растительного и животного происхождения, как живших в воде, так и попавших в водоем с листвы, по воздуху, с берегов и т.п. Кроме природных, существуют также техногенные источники органических веществ: транспортные предприятия (нефтепродукты), целлюлозно-бумажные и лесоперерабатывающие комбинаты (лигнины), мясокомбинаты (белковые соединения), сельскохозяйственные и фекальные стоки и т.д. Органические загрязнения попадают в водоем разными путями, главным образом со сточными водами и дождевыми поверхностными смывами с почвы. В естественных условиях находящиеся в воде органические вещества разрушаются бактериями,

---

---

претерпевая аэробное биохимическое окисление с образованием двуокиси углерода. При этом на окисление потребляется растворенный в воде кислород. В водоемах с большим содержанием органических веществ большая часть РК потребляется на биохимическое окисление, лишая кислорода другие организмы. При этом увеличивается количество организмов, более устойчивых к низкому содержанию РК, исчезают кислородолюбивые виды и появляются виды, терпимые к дефициту кислорода. Таким образом, в процессе биохимического окисления органических веществ в воде происходит уменьшение концентрации РК, и эта убыль косвенно является мерой содержания в воде органических веществ. Соответствующий показатель качества воды, характеризующий суммарное содержание в воде органических веществ, называется биохимическим потреблением кислорода (БПК).

Определение БПК основано на измерении концентрации РК в пробе воды непосредственно после отбора, а также после инкубации пробы. Инкубацию пробы проводят без доступа воздуха в кислородной склянке (т.е. в той же посуде, где определяется значение РК) в течение времени, необходимого для протекания реакции биохимического окисления. Так как скорость биохимической реакции зависит от температуры, инкубацию проводят в режиме постоянной температуры ( $20 \pm 1$ ) °С, причем от точности поддержания значения температуры зависит точность выполнения анализа на БПК. Обычно определяют БПК за 5 суток инкубации (БПК<sub>5</sub>), однако содержание некоторых соединений более информативно характеризуется величиной БПК за 10 суток или за период полного окисления (БПК<sub>10</sub> или БПК<sub>полн</sub> соответственно). Погрешность в определении БПК может внести также освещение пробы, влияющее на жизнедеятельность микроорганизмов и способное в некоторых случаях вызывать фотохимическое окисление. Поэтому инкубацию пробы проводят без доступа света (в темном месте). Величина БПК увеличивается со временем, достигая некоторого максимального значения – БПК<sub>полн</sub>, причем загрязнители различной природы могут повышать (понижать) значение БПК.

Таким образом, БПК – количество кислорода в миллиграммах, требуемое для окисления находящихся в 1 л воды органических веществ в аэробных условиях, без доступа света, при 20 °С, за определенный период времени в результате протекающих в воде биохимических процессов. Ориентировочно принимают, что БПК<sub>5</sub> составляет около 70 % БПК<sub>полн</sub>, но может составлять от 10 до 90% в зависимости от окисляющегося вещества.

Особенностью биохимического окисления органических веществ в воде является сопутствующий ему процесс нитрификации, искажающий характер потребления кислорода. Нитрификация протекает под воздействием бактерий, обеспечивающих окисление азотсодержащих соединений, которые обычно присутствуют в загрязненных природных и некоторых сточных водах, и тем самым способствуют превращению азота сначала из аммонийной в нитритную, а затем и нитратную формы. Нитрификация начинается приблизительно на 7-е сутки инкубации, поэтому при определении БПК за 10 и более суток необходимо вводить в пробу специальные вещества – ингибиторы, подавляющие жизнедеятельность нитрифицирующих бактерий, например, тиомочевину, которую вводят в пробу в концентрации 0.5 мг/мл.



---

---

Если в пробе очень много органических веществ, к ней добавляют разбавляющую воду. Для достижения максимальной точности анализа БПК анализируемая проба или смесь пробы с разбавляющей водой должна содержать такое количество кислорода, чтобы во время инкубационного периода произошло снижение его концентрации на 2 мг/л и более, причем остающаяся концентрация кислорода спустя 5 суток инкубации должна составлять не менее 3 мг/л. Если же содержание РК в воде недостаточно, то пробу воды предварительно аэрируют для насыщения кислородом воздуха. Наиболее правильным (точным) считается результат такого определения, при котором израсходовано около 50% первоначально присутствующего в пробе кислорода.

В поверхностных водах величина БПК<sub>5</sub> колеблется в пределах от 0.5 до 5.0 мг/л; она подвержена сезонным и суточным изменениям, которые, в основном, зависят от изменения температуры и от физиологической и биохимической активности микроорганизмов. Весьма значительны изменения БПК<sub>5</sub> природных водоемов при загрязнении сточными водами. Норматив на БПК<sub>полн</sub> не должен превышать: для водоемов хозяйственно-питьевого водопользования – 3 мг/л, для водоемов культурно-бытового водопользования – 6 мг/л. Соответственно можно оценить предельно-допустимые значения БПК<sub>5</sub> для тех же водоемов, равные примерно 2 мг/л и 4 мг/л.

Альтернативным методом определения БПК может быть метод с электродным (потенциометрическим) измерением концентрации РК с помощью оксиметра.

## **Лабораторная работа № 12**

### **Определение БПК**

Отберите пробы воды в кислородные склянки (не менее 3 шт.) как описано в Лабораторной работе № 11. Для получения представительной пробы отбор проб воды проводите, по возможности, на удалении от берегов, дна, водных растений и т.п., которые могут быть источниками выделений в воду органических веществ или/и микроорганизмов. В первой склянке сразу же фиксируйте кислород и определите концентрацию РК. Две другие склянки – инкубационные - поместите в темноте в инкубатор через водяной затвор из чашки Петри, что воспрепятствует контакту воды в склянке с воздухом.

По истечении 5 суток инкубации в склянках определите концентрацию остаточного РК как среднее арифметическое результатов по каждой инкубационной склянке. Рассчитайте значение БПК<sub>5</sub> в мг/л:

$$\text{БПК}_5 = C_1 - C_2$$

где  $C_1$  – концентрация РК в первоначальной пробе, мг/л;  $C_2$  – средняя концентрация РК по истечении периода инкубации, мг/л.

Можно определить также БПК<sub>10</sub> (за 10 суток) и БПК<sub>полн</sub> (за 20 суток), при этом окисляется около 90 и 99% органических веществ соответственно.

#### *Окисляемость, или химическое потребление кислорода (ХПК)*

Присутствующие в воде органические соединения могут претерпевать не только аэробное биохимическое окисление в результате жизнедеятельности бактерий, а также и химическое окисление при наличии в пробе воды сильных

---

---

окислителей и соответствующих условий. Характеристикой процесса химического окисления, а также мерой содержания в пробе органических веществ является потребление в реакции кислорода, химически связанного в окислителях. Показатель, характеризующий суммарное содержание в воде органических веществ по количеству израсходованного на окисление химически связанного кислорода, называется *химическим потреблением кислорода (ХПК)*. Являясь интегральным (суммарным) показателем, ХПК в настоящее время считается одним из наиболее информативных показателей антропогенного загрязнения вод. Этот показатель, в том или ином варианте, используется повсеместно при контроле качества природных вод, исследовании сточных вод и др. Результаты определения окисляемости выражаются в миллиграммах потребленного кислорода на 1 л воды (мгО/л). Однако не все органические вещества в равной степени участвуют в реакции химического окисления. Так же, как и при биохимическом окислении, при химическом окислении можно выделить группы легко, нормально и тяжело окисляющихся органических веществ. Поэтому всегда существует разница между теоретически возможным и практически достигаемым значениями ХПК. Теоретическим значением ХПК<sub>теор</sub> называют количество кислорода (или окислителя в пересчете на кислород) в мг/л, необходимое для полного окисления содержащихся в пробе органических веществ, т.е. всех способных окисляться элементов из состава органического соединения. При таком окислении углерод теоретически количественно окисляется до  $CO_2$ , а сера и фосфор (если они присутствуют в соединении) – до  $SO_3$  и  $P_2O_5$ . Азот превращается в аммонийную соль; кислород, входивший в состав окисляемых органических молекул, является «строительным материалом» для образующихся продуктов окисления, а водород переходит в структуру  $H_2O$  или аммонийной соли. Практически используемые методы определения ХПК дают результаты, близкие к ХПК<sub>теор</sub>, но всегда отклоняющиеся в ту или иную сторону. При наличии трудно окисляющихся органических веществ их окисление за время реакции проходит не полностью, и это приводит к занижению результата. В то же время, при наличии в пробе неорганических восстановителей, также потребляющих кислород на собственное окисление, результат получается завышенный. Совместное действие обоих факторов и вызывает отклонение реального ХПК от ХПК<sub>теор</sub>. Таким образом, окисляемость, или ХПК, характеризует общее количество содержащихся в воде восстановителей (органических и неорганических), реагирующих с сильными окислителями. В качестве таких окислителей обычно используют бихромат и перманганат калия, и соответственно называются основные методы определения ХПК – бихроматный и перманганатный. Следует отметить, что результаты определения окисляемости одной и той же воды с помощью разных окислителей обычно неоднозначны из-за неодинаковой степени окисления веществ, присутствующих в воде. Результаты зависят также от свойств окислителя, его концентрации, температуры, рН, продолжительности окисления и др. Получаемые результаты сопоставимы только в том случае, когда точно соблюдены все условия проведения анализа.

Бихроматная окисляемость позволяет получить значение ХПК, наиболее приближенное к ХПК<sub>теор</sub>, т.е. наиболее полное окисление достигается бихроматом калия. Поэтому определение бихроматной окисляемости является основным

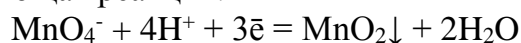
методом определения ХПК. Именно бихроматную окисляемость часто называют «химическим потреблением кислорода». В условиях этого метода большинство органических соединений окисляется на 95% и более, однако окисляются не все соединения (толуол, бензол, пиридин, парафин и др. практически не окисляются). Катализатором окисления является сульфат серебра, который добавляется в аналитическую рецептуру для ускорения реакции и повышения полноты окисления органических веществ. Реакцию проводят в жестких условиях – в 50 % (18 н, разбавление 1:1) серной кислоте при кипячении. Содержание неорганических восстановителей в пробе определяют отдельно специальными методами и вычитают из ХПК пробы. В таких условиях получаемый результат обычно составляет 95 – 98 % от ХПК<sub>теор</sub>. Значения ХПК<sub>теор</sub> (в мг кислорода на 1 мг вещества) для разных соединений приведены в табл. 6.

**Таблица 6**

Значения ХПК<sub>теор</sub> для разных соединений

Соединение	ХПК <sub>теор</sub> , мгО/л	Соединение	ХПК <sub>теор</sub> , мгО/л
Щавелевая кислота	0.18	Масляная кислота	1.82
Синильная кислота	0.59	Этанол	2.09
Гликоколь	0.64	Додецилбензоат натрия	2.34
Глюкоза	1.07	Фенол	2.38
Уксусная кислота	1.07	Бутанол	2.59
Сахароза	1.12		

Бихроматная окисляемость определяется методом титрования. Согласно методу титрования, избыток бихромата калия после операции окисления оттитровывают солью Мора в присутствии индикатора, в качестве которого обычно используется ферроин (комплекс 1,10-фенатролина с сульфатом железа (II)) или N-фенилантраниловая кислота. Индикатор образует интенсивно окрашенное соединение с  $Fe^{2+}$ , и бесцветное – с  $Fe^{3+}$ . По этой причине, когда избыток бихромата оттитрован,  $Fe^{2+}$  реагирует с индикатором с образованием ферроинового комплекса. При этом окраска раствора изменяется от синевато-зеленой до красно-коричневой, что указывает момент окончания титрования. Момент окончания титрования может быть установлен также потенциометрически. Для определения ХПК, наряду с окислением бихроматом, проводят также окисление перманганатом. Соответствующий показатель называется перманганатной окисляемостью. Перманганатная окисляемость является мерой загрязнения воды окисляемыми органическими и неорганическими веществами, способными к окислению в условиях анализа, и такими условиями являются окисление 0.01 н раствором перманганата калия в сернокислой среде при кипячении в течении 10 мин. При окислении пробы перманганатом идет следующая реакция:



Для определения перманганатной окисляемости используется более простой метод, чем для бихроматной окисляемости, однако он имеет

---

---

ограниченное применение. Так, определение перманганатной окисляемости может быть рекомендовано (и широко используется) лишь при анализе *природных* вод для контроля за динамикой содержания легкоокисляющихся веществ природного происхождения (например, гуминовых кислот). И это понятно, т.к. «жестко» окисляющиеся органические загрязнители, часто присутствующие в сточных водах, в природной воде практически не встречаются. Перманганатная окисляемость является единственным показателем ХПК, регламентирующим качество питьевой воды согласно СанПиН 2.1.4.559-96 (норматив составляет 5.0 мгО/л).

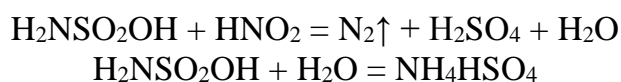
Перманганатная окисляемость может давать некорректные результаты при анализе сточных вод по следующим причинам:

1) перманганат – недостаточно сильный окислитель, поэтому окисление многих веществ проходит неполно или совсем не проходит;

2) при кипячении растворов, содержащих перманганат, последний разлагается до диоксида марганца и кислорода (как в кислой, так и в щелочной средах). Выпадающий диоксид марганца каталитически ускоряет процесс, однако в холостой пробе или относительно чистой воде этого не происходит. Процесс осложняется тем, что количество выпадающего диоксида марганца зависит от условий и состава анализируемой пробы.

В природных водах содержание трудно окисляющихся органических веществ обычно крайне мало, и результаты, получаемые при анализе природных вод бихроматным и перманганатным методами, практически достаточно близки. Перманганатную окисляемость используют для оценки качества питьевой, водопроводной воды, природной воды источников водоснабжения и др. Более загрязненные поверхностные и сточные воды, с известным приближением, можно анализировать этим методом, однако их необходимо разбавлять. Перманганатную окисляемость нельзя рассматривать как меру теоретического потребления кислорода или общего содержания органических веществ в воде, т.к. ряд органических соединений в условиях этого метода окисляются лишь частично.

Мешающее влияние при определении ХПК оказывают, в первую очередь, хлорид-анионы, как правило, содержащиеся в природных и, особенно, в сточных водах. Хлориды окисляются в условиях анализа до элементарного хлора, поэтому при содержании в пробе в концентрации свыше 300 мг/л их влияние устраняется (или минимизируется) путем добавления сульфата ртути (II) в количестве 22.2 мг  $HgSO_4$  на 1 мг  $Cl^-$ . Образующийся малодиссоциированный хлорид ртути (II) устойчив в присутствии большой концентрации серной кислоты и бихромата. Определению также мешают нитриты, часто присутствующие в водах, прошедших биохимическую очистку. Для их устранения в пробу вводят по 10 мг сульфаминовой кислоты на 3 мг  $NO_2^-$ . При кипячении раствора нитрит-анионы удаляются в виде азота, а избыток сульфаминовой кислоты переходит в сульфат аммония:



Помимо хлоридов и нитритов, определению мешают сульфиды, сероводород и железо (II). Все указанные соединения, при их присутствии в пробе, могут быть определены индивидуально, и результат анализа на

окисляемость в таком случае уменьшают на величину потребления кислорода этими соединениями. В частности, 1 мг  $H_2S$  соответствует 0.47 мгО, 1 мг  $NO^{2-}$  – 0.35 мгО, 1 мг  $Fe^{2+}$  – 0.14 мгО.

### Лабораторная работа № 13.

#### Определение бихроматной окисляемости ускоренным методом

Главная особенность ускоренного метода определения ХПК – применение концентрированной серной кислоты. В таких условиях не требуется специального нагревания пробы, т.к. ее температура повышается до необходимых значений за счет тепла, выделяемого при разбавлении серной кислоты. Кроме того, при определении ХПК ускоренным методом окисление проводят без добавления катализатора – сульфата серебра. Ускоренный метод применяется при значениях ХПК не менее 50 мгО/л и не более 4000 мгО/л, при бóльших значениях пробу необходимо разбавить.

В коническую колбу на 150–200 мл с помощью пипетки поместите пробу воды в необходимом количестве (см. табл. 7).

Таблица 7

Количество пробы, отбираемой на анализ ускоренным методом

Ожидаемое значение ХПК, мгО/л	Количество пробы для анализа, мл
50–500	5
500–4000	1
Свыше 4000	Пробу необходимо разбавить

К пробе пипеткой добавьте 2.5 мл 0.25 н раствора бихромата калия. К раствору добавьте около 0.2 г сульфата ртути (II). К содержимому колбы, перемешивая раствор покачиванием, осторожно добавьте пипеткой концентрированную серную кислоту в количестве 7.5 мл на 1 мл пробы либо 15 мл на 5 мл пробы (**Используйте резиновые перчатки и защитные очки!!!**). В данной операции температура раствора поднимается выше 100°C. Колбу выдержите 2 минуты, после чего раствор охладите до комнатной температуры. В колбу мерным цилиндром прилейте 100 мл дистиллированной воды и добавьте 3 – 4 капли раствора ферроина. Оттитруйте избыток бихромата раствором соли Мора. При титровании определите объемы раствора соли Мора, расходуемые в ходе анализа  $V_A$  и в холостом опыте  $V_X$ . В холостом опыте используйте вместо пробы чистую дистиллированную или бидистиллированную воду в том же количестве.

Рассчитайте значение ХПК:

$$ХПК = \frac{(V_A - V_X) C_{Fe} \mathcal{E}_O \times 1000}{V_{H_2O}}$$

где  $V_A$  и  $V_X$  – объемы раствора соли Мора, израсходованного на титрование в холостом опыте и при анализе пробы соответственно, мл;  $C_{Fe}$  – концентрация титрованного раствора соли Мора, н;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой пробы воды, мл;  $\mathcal{E}_O$  – эквивалентная масса кислорода (8).

---

---

Контроль точности анализа на бихроматную окисляемость проводят с помощью стандартного раствора, в качестве которого используют водный раствор бифталата калия ( $KC_8H_5O_4$ ) в концентрации 2.0824 ммоль/л. Потребление кислорода при использовании такого раствора в качестве пробы соответствует значению ХПК 500 мгО/л.

### Лабораторная работа № 14.

#### Определение перманганатной окисляемости методом Кубеля

Метод применим для вод с концентрацией хлорид-аниона не более 300 мг/л. Диапазон определяемых методом Кубеля значений перманганатной окисляемости – от 0.5 мгО/л до 10 мгО/л. Пробы с величиной окисляемости более 10 мгО/л перед анализом необходимо разбавлять. Максимально допустимое разбавление проб – десятикратное, т.е. метод не рекомендуется использовать для анализа вод, окисляемость которых более 100 мгО/л. Данная методика адаптирована объему пробы 50 мл. Колбы плоскодонные для кипячения должны быть чистыми. Чистота колб проверяется холостыми определениями: холостое потребление раствора перманганата должно быть не более 0.3 мл.

При отборе пробы для ее закисления и подавления деятельности микроорганизмов (предотвращения биохимического окисления органических соединений) добавьте 2.5 мл серной кислоты (1:3) на 50 мл пробы. Пробу необходимо проанализировать не позже чем через 2 дня после отбора и хранить в темноте при 0 – 5 °С, если время хранения превышает 6 часов.

В колбу для кипячения поместить несколько стеклянных шариков-кипелок и 50 мл анализируемой пробы воды, в которую уже добавлен раствор серной кислоты (1:3) в количестве 2.5 мл. Туда же стеклянной пипеткой добавьте 10 мл 0.01 н раствора перманганата калия. Содержимое колбы перемешайте покачиванием руки. Колбу с обратным холодильником поместите в кипящую водяную баню на 10 мин. Затем в колбу к горячему раствору пипеткой добавьте 10 мл 0.01 н раствора щавелевой кислоты и дождитесь обесцвечивания раствора. Обесцвеченный раствор оттитруйте горячим (80 – 90 °С) 0.01 н раствором перманганата калия до бледно-розового оттенка, сохраняющегося не менее 30 с. При титровании определите израсходованное количество раствора перманганата  $V_1$  с точностью до 0.05 мл.

Если раствор при кипячении обесцветится или побуреет, повторите определение с разбавленной пробой. Определение повторяют и в том случае, если раствора перманганата расходуется более 60 % от добавленного количества, т.е. более 6 мл на 50 мл пробы. При титровании разбавленных проб должно быть израсходовано не менее 20 % от добавленного количества перманганата, т.е. не менее 2 мл. Выполните холостой опыт, используя в качестве пробы 50 мл дистиллированной воды, не содержащей восстановителей. При титровании в холостом опыте аналогично определите количество раствора перманганата калия  $V_x$ . Расход раствора перманганата не должен превышать 3 мл. Рассчитайте значение перманганатной окисляемости по Кубелю ( $I_{Mn}$ ) в мгО/л:

$$I_{Mn} = \frac{(V_1 - V_0) C_{KMnO_4} \cdot \mathcal{E}_O \times 1000}{V_{H_2O}}$$

где  $V_I$  и  $V_X$  – количество раствора перманганата калия, израсходованное на титрование пробы и в холостом опыте соответственно, мл;  $C_{KMnO_4}$  - нормальная концентрация раствора перманганата калия (0.0100 н);  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды (50 мл).

## МИНЕРАЛЬНЫЙ СОСТАВ

Минеральный состав воды отражает результат взаимодействия воды как физической фазы с другими фазами (средами): твердой, т.е. береговыми и подстилающими, а также почвообразующими минералами и породами; газообразной (с воздушной средой) и содержащейся в ней влагой и минеральными компонентами. Кроме того, минеральный состав воды обусловлен протекающими в разных средах физико-химическими и физическими процессами – растворение и кристаллизация, пептизация и коагуляция, седиментация, испарение и конденсация и др. Большое влияние на минеральный состав воды поверхностных водоемов оказывают протекающие в атмосфере и в других средах химические реакции с участием соединений азота, углерода, кислорода, серы и др.

Ряд показателей качества воды связан с определением концентрации растворенных в воде различных минеральных веществ. Содержащиеся в воде минеральные соли вносят разный вклад в общее солесодержание, которое может быть рассчитано суммированием концентраций каждой из солей. Пресной считается вода, имеющая общее солесодержание, или *минерализацию*, не более 1 г/л. Среди пресных вод, в зависимости от величины солесодержания (в мг/л), выделяют воды ультрапресные (менее 100), маломинерализованные (100–200), среднеминерализованные (200–500) и повышенной минерализации (500–1000). При величине солесодержания от 1 до 25 г/л воду считают солоноватой. Можно выделить две группы минеральных солей, обычно встречающихся в природных водах (табл. 8).

Соотношение концентрации (в ммоль/л) в воде ионов первой группы (табл.8) определяет *типы химического состава воды*. В зависимости от преобладающего вида анионов ( $\geq 25\%$  эквивалента при условии, что суммы ммоль анионов и катионов принимаются равными 50% соответственно каждая) различают воды гидрокарбонатного класса (концентрация  $HCO_3^- \geq 25\%$  экв. анионов), сульфатного ( $SO_4^{2-} \geq 25\%$  экв.), хлоридного ( $Cl^- \geq 25\%$  экв.). Иногда выделяют также воды смешанных, или промежуточных, типов. Соответственно, среди катионов выделяются группы кальциевых, магниевых, натриевых или калиевых вод. Минерализация воды имеет важнейшее значение при характеристике химического состава вод.

**Таблица 8**

Основные компоненты минерального состава воды (КМСВ)  
(ПДК приведены для воды поверхностных источников  
хозяйственно-питьевого назначения).

КМСВ	ПДК, мг/л	КМСВ	ПДК, мг/л
------	-----------	------	-----------

Катионы		Анионы	
ГРУППА 1			
Кальций ( $Ca^{2+}$ )	200	Гидрокарбонат ( $HCO_3^-$ )	1000
Натрий ( $Na^+$ )	200	Сульфат ( $SO_4^{2-}$ )	500
Магний ( $Mg^{2+}$ )	100	Хлорид ( $Cl^-$ )	350
		Карбонат ( $CO_3^{2-}$ )	100
ГРУППА 2			
Аммоний ( $NH_4^+$ )	2.5	Нитрат ( $NO_3^-$ )	45
Тяжелые металлы	1 мкмоль/л	Ортофосфат ( $PO_4^{3-}$ )	3.5
Железо общее ( $Fe^{2+}, Fe^{3+}$ )	0.3	Нитрит ( $NO_2^-$ )	0.1

### Анионный состав воды

#### **Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность**

Карбонаты и гидрокарбонаты представляют собой компоненты, определяющие природную щелочность воды. Их содержание в воде обусловлено процессами растворения атмосферной  $CO_2$ , взаимодействия воды с находящимися в прилегающих грунтах известняками и, конечно, протекающими в воде жизненными процессами дыхания всех водных организмов. Определение карбонат- и гидрокарбонат-анионов является титриметрическим и основано на их реакции с водородными ионами в присутствии фенолфталеина (при определении карбонат-анионов) или метилового оранжевого (при определении гидрокарбонат-анионов) в качестве индикаторов. Используя эти два индикатора, удается наблюдать две точки эквивалентности: в первой точке (pH 8.0 – 8.2) в присутствии фенолфталеина полностью завершается титрование карбонат-анионов, а во второй (pH 4.1 – 4.5) – гидрокарбонат-анионов. Присутствие карбонат-аниона в концентрациях, определяемых аналитически, возможно лишь в водах, pH которых более 8.0 – 8.2. В случае присутствия в анализируемой воде гидроксо-анионов при определении карбонатов протекает также реакция нейтрализации. При титровании по фенолфталеину в реакции с кислотой участвуют анионы  $OH^-$  и  $CO_3^{2-}$ , а при титровании по метиловому оранжевому –  $OH^-$ ,  $CO_3^{2-}$  и  $HCO_3^-$ . Величина карбонатной жесткости рассчитывается с учетом эквивалентных масс участвующих в реакциях карбонат- и гидрокарбонат-анионов. В результате титрования карбоната и гидрокарбоната, которое может выполняться как параллельно в разных пробах, так и последовательно в одной и той же пробе, для расчета значений концентраций необходимо определить общее количество кислоты в миллилитрах, израсходованной на титрование карбоната ( $V_K$ ) и гидрокарбоната ( $V_{ГК}$ ). Следует иметь в виду, что при определении потребления кислоты на титрование по метиловому оранжевому ( $V_{МО}$ ) происходит последовательное титрование и карбонатов, и гидрокарбонатов. По этой причине получаемый объем кислоты  $V_{МО}$  содержит соответствующую долю, обусловленную присутствием в исходной пробе карбонатов, перешедших после реакции с катионом водорода в



гидрокарбонаты, и не характеризует полностью концентрацию гидрокарбонатов в исходной пробе. Следовательно, при расчете концентраций основных ионных форм, обуславливающих потребление кислоты, необходимо учесть относительное потребление кислоты при титровании по фенолфталеину ( $V_{\Phi}$ ) и метилоранжу ( $V_{MO}$ ). Рассмотрим несколько возможных вариантов, сопоставляя величины  $V_{\Phi}$  и  $V_{MO}$ .

1.  $V_{\Phi} = 0$ . Карбонаты, а также гидроксо-анионы в пробе отсутствуют, и потребление кислоты при титровании по метилоранжу может быть обусловлено только присутствием гидрокарбонатов.

2.  $V_{\Phi} \neq 0$ , причем  $2V_{\Phi} < V_{MO}$ . В исходной пробе отсутствуют гидроксо-анионы, но присутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты, причем доля последних эквивалентно оценивается как  $V_K = 2V_{\Phi}$ , а гидрокарбонатов – как  $V_{ГК} = V_{MO} - 2V_{\Phi}$ .

3.  $2V_{\Phi} = V_{MO}$ . Гидрокарбонаты в исходной пробе отсутствуют, и потребление кислоты обусловлено содержанием практически только карбонатов, которые количественно переходят в гидрокарбонаты. Именно этим объясняется удвоенное, по сравнению с  $V_{\Phi}$ , потребление кислоты  $V_{MO}$ .

4.  $2V_{\Phi} > V_{MO}$ . В данном случае в исходной пробе гидрокарбонаты отсутствуют, но присутствуют не только карбонаты, но и другие потребляющие кислоту анионы, а именно – гидроксо-анионы. При этом содержание последних эквивалентно составляет  $V_{OH} = 2V_{\Phi} - V_{MO}$ . Содержание карбонатов можно рассчитать, составив и решив систему уравнений:

$$\begin{aligned} V_K + V_{OH} &= V_{MO} \\ V_{OH} &= 2V_{\Phi} - V_{MO} \\ \hline V_K &= 2(V_{MO} - V_{\Phi}) \end{aligned}$$

5.  $V_{\Phi} = V_{MO}$ . В исходной пробе отсутствуют и карбонаты, и гидрокарбонаты, и потребление кислоты обусловлено присутствием сильных щелочей, содержащих гидроксо-анионы.

Присутствие свободных гидроксо-анионов в заметных количествах (случаи 4 и 5) возможно только в сточных или загрязненных водах.

Массовые концентрации анионов (не солей!) рассчитываются на основании уравнений реакций потребления кислоты карбонатами ( $C_K$ ) и гидрокарбонатами ( $C_{ГК}$ ) в мг/л по формулам:

$$C_K = \frac{1000V_K C_{HCl} \mathcal{E}_K}{V_{H_2O}}, \quad C_{ГК} = \frac{1000(V_{ГК} - V_K) C_{HCl} \mathcal{E}_{ГК}}{V_{H_2O}}$$

где  $V_K$  и  $V_{ГК}$  – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование карбоната и гидрокарбоната соответственно, мл;  $C_{HCl}$  – нормальная концентрация раствора соляной кислоты;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл;  $\mathcal{E}_K$  и  $\mathcal{E}_{ГК}$  – эквивалентная масса карбонат- и гидрокарбонат-аниона соответственно, в соответствующих реакциях (60 и 61, соответственно); 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений.

Результаты титрования по фенолфталеину и метилоранжу позволяют рассчитать показатель щелочности воды, который численно равен количеству эквивалентов кислоты, израсходованной на титрование пробы объемом 1 л. При

---

---

этом потребление кислоты при титровании по фенолфталеину характеризует свободную щелочность, а по метилоранжу – общую щелочность, которая измеряется в ммоль/л.

### Лабораторная работа № 15

#### Определение содержания карбонат- и гидрокарбонат-анионов

##### *Титрование карбонат-аниона*

В колбу для титрования пипеткой отберите 10 мл анализируемой воды. Добавьте 3 – 4 капли раствора фенолфталеина. При отсутствии окрашивания раствора либо при слабо-розовом окрашивании считают, что карбонат-анион в пробе отсутствует (рН пробы меньше 8.0 – 8.2). Оттитруйте пробу 0.05 н раствором соляной кислоты до бледно-розовой окраски (практически бесцветной), и определите объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину ( $V_{\text{ФФ}}$ , мл). Раствор после титрования карбонат-аниона оставьте для дальнейшего определения в нем массовой концентрации гидрокарбонат-аниона. Рассчитайте массовую концентрацию карбонат-аниона ( $C_K$ ) в мг/л:

$$C_K = \frac{1000V_{\text{ФФ}}C_{\text{HCl}}\mathcal{E}_K}{V_{\text{H}_2\text{O}}}$$

где  $V_{\text{ФФ}}$  – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с индикатором фенолфталеином, мл;  $C_{\text{HCl}}$  – нормальная концентрация раствора соляной кислоты (0.0500 н);  $V_{\text{H}_2\text{O}}$  – объем анализируемой воды, мл;  $\mathcal{E}_K$  – эквивалентная масса карбонат-аниона в соответствующей реакции (60); 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений.

##### *Титрование гидрокарбонат-аниона*

Используйте раствор после определения карбонат-аниона. Добавьте 1 каплю раствора метилового оранжевого. Оттитруйте пробу 0.05 н раствором соляной кислоты при перемешивании до перехода желтой окраски в оранжевую, определите объем раствора, израсходованного на титрование по метилоранжу ( $V_{\text{МО}}$ , мл). Определите также суммарный объем, израсходованный на титрование карбоната и гидрокарбоната. Рассчитайте массовую концентрацию гидрокарбонат-аниона ( $C_{\text{ГК}}$ ) в мг/л

$$C_{\text{ГК}} = \frac{1000(V_{\text{МО}} - V_{\text{ФФ}})C_{\text{HCl}}\mathcal{E}_{\text{ГК}}}{V_{\text{H}_2\text{O}}}$$

где  $V_{\text{МО}}$  – объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с индикатором метиловым оранжевым, мл;  $C_{\text{HCl}}$  – нормальная концентрация раствора соляной кислоты (0.0500 н);  $V_{\text{H}_2\text{O}}$  – объем анализируемой воды, мл;  $\mathcal{E}_{\text{ГК}}$  – эквивалентная масса гидрокарбонат-аниона (61); 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений.

##### *Определение ионных форм, обуславливающих потребление кислоты на титрование*

В зависимости от соотношения между количествами кислоты, израсходованными на титрование по фенолфталеину ( $V_{\text{ФФ}}$ ) и метилоранжу ( $V_{\text{МО}}$ ), по таблице 9 выберите подходящий вариант для вычисления ионных форм,

обуславливающих потребление кислоты при титровании. В соответствии с данной таблицей: если при добавлении фенолфталеина раствор не приобретает окраски или слегка розовеет, то потребление кислоты обусловлено присутствием только гидрокарбонатов; если потребление кислоты при титровании по фенолфталеину равно общему потреблению кислоты при титровании, то потребление кислоты обусловлено присутствием только гидроксил-ионов и т.д.

**Таблица 9**

Определение ионных форм,  
обуславливающих потребление кислоты на титрование

Соотношение между $V_{ФФ}$ и $V_{МО}$	Вклад ионных форм в потребление кислоты		
	$V_{ОН}$ ( $OH^-$ )	$V_K$ ( $CO_3^{2-}$ )	$V_{ГК}$ ( $HCO_3^-$ )
$V_{ФФ} = 0$	0	0	$V_{МО}$
$2V_{ФФ} < V_{МО}$	0	$2V_{ФФ}$	$V_{МО} - 2V_{ФФ}$
$2V_{ФФ} = V_{МО}$	0	$V_{МО}$	0
$2V_{ФФ} > V_{МО}$	$2V_{ФФ} - V_{МО}$	$2(V_{МО} - V_{ФФ})$	0
$V_{ФФ} = V_{МО}$	$V_{МО}$	0	0

*Расчет массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-анионов*

Определите по табл. 9 вклад различных ионных форм в потребление кислоты при титровании ( $V_K$ ,  $V_{ГК}$ ). Рассчитайте массовую концентрацию карбонат-аниона ( $C_K$ ) в мг/л по упрощенной формуле:  $C_K = V_K \times 300$ . Рассчитайте массовую концентрацию гидрокарбонат-аниона ( $C_{ГК}$ ) в мг/л по упрощенной формуле:  $C_{ГК} = V_{ГК} \times 305$ .

*Расчет карбонатной жесткости*

Определите карбонатную жесткость ( $Ж_K$ ) в мг-экв/л:

$$Ж_K = C_K \times 0.0333 + C_{ГК} \times 0.0164.$$

*Расчет щелочности*

Рассчитайте значение свободной ( $Щ_{СВ}$ ) и общей ( $Щ_{О}$ ) щелочности в мг-экв/л:

$$Щ_{СВ} = V_{Ф} \times 5; \quad Щ_{О} = V_{МО} \times 5.$$

Величина карбонатной жесткости для поверхностных природных вод принимается равной величине общей щелочности (мг-экв/л).

**Сульфаты**

Сульфаты – распространенные компоненты природных вод. Их присутствие в воде обусловлено растворением некоторых минералов – природных сульфатов (гипс), а также переносом с дождями содержащихся в воздухе сульфатов. Последние образуются при реакциях окисления в атмосфере оксида серы (IV) до оксида серы (VI), образования серной кислоты и ее нейтрализации (полной или частичной):



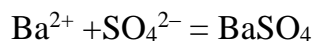
Наличие сульфатов в промышленных сточных водах обычно обусловлено технологическими процессами, протекающими с использованием серной кислоты (производство минеральных удобрений, производства химических веществ).

---

---

Сульфаты в питьевой воде не оказывают токсического воздействия на человека, однако ухудшают вкус воды: ощущение вкуса сульфатов возникает при их концентрации 250 – 400 мг/л. Сульфаты могут вызывать отложение осадков в трубопроводах при смешении двух вод с разным минеральным составом, например сульфатных и кальциевых (в осадок выпадает  $CaSO_4$ ).

Метод определения массовой концентрации сульфат-аниона основан на реакции сульфат-анионов с катионами бария с образованием нерастворимой суспензии сульфата бария:



О концентрации сульфат-анионов судят по количеству суспензии сульфата бария, которое определяют турбидиметрическим методом. Наиболее простой вариант турбидиметрического метода основан на измерении высоты столба суспензии по его прозрачности и применим при концентрациях сульфат-анионов не менее 30 мг/л. Для работы необходим мутномер. ПДК сульфатов в воде водоемов хозяйственно-питьевого назначения составляет 500 мг/л, лимитирующий показатель вредности – органолептический.

Содержание сульфатов в воде определяют также методом комплексометрического титрования.

### Лабораторная работа № 16

#### Определение сульфатов комплексометрическим методом

К 100 мл исследуемой воды добавьте 5 мл 0.1000 н раствора  $BaCl_2$ . Раствор перемешайте, через 10 минут прилейте 10 мл аммиачного буфера, 1 мл 0.1000 н раствора  $MgCl_2$  (для улучшения четкости титрования), добавьте индикатор эриохром черный и тщательно перемешайте. Титруйте 0.0500 н раствором трилона Б до перехода винно-красной окраски в голубую. Измерьте объем титранта. Содержание сульфат-ионов в мг/л вычислите по формуле:

$$C_{SO_4^{2-}} = \frac{C_{BaCl_2} V_{BaCl_2} - (C_{mp} V_{mp} - C_{mp} V'_{mp} - C_{MgCl_2} V_{MgCl_2}) \times \mathcal{E}_{SO_4^{2-}} \times 1000}{V_{H_2O}}$$

где  $V_{тр}$  – объем трилона Б, пошедший на титрование, мл,  $V'_{тр}$  – объем трилона Б, пошедший на титрование при определении общей жесткости воды, мл,  $V_{H_2O}$  - объем анализируемой воды, мл,  $\mathcal{E}_{SO_4^{2-}}$  – эквивалентная масса сульфат-иона (48),  $Стр$  – нормальная концентрация раствора трилона Б (0.0500 н),  $C_{MgCl_2}$  – нормальная концентрация раствора хлорида магния (0.1000 н),  $C_{BaCl_2}$  – нормальная концентрация раствора хлорида бария (0.1000 н).

#### Хлориды

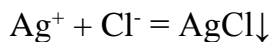
Хлориды присутствуют практически во всех пресных поверхностных и грунтовых водах, а также в питьевой воде в виде солей металлов. Если в воде присутствует хлорид натрия, она имеет соленый вкус уже при концентрациях свыше 250 мг/л; в случае хлоридов кальция и магния соленость воды возникает при концентрациях свыше 1000 мг/л. Именно по органолептическому показателю – вкусу установлена ПДК для питьевой воды по хлоридам (350 мг/л), лимитирующий показатель вредности – органолептический.

Большие количества хлоридов могут образовываться в промышленных процессах концентрирования растворов, ионного обмена, высаливания и т.д., образуя сточные воды с высоким содержанием хлорид-аниона. Высокие

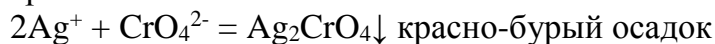
---

---

концентрации хлоридов в питьевой воде не оказывают токсического воздействия на человека, хотя соленые воды очень коррозионно активны по отношению к металлам, пагубно влияют на рост растений, вызывают засоление почв. Массовую концентрацию хлорид-аниона определяют методом аргентометрического титрования. Метод основан на титровании хлорид-анионов раствором нитрата серебра, в результате чего образуется суспензия практически нерастворимого хлорида серебра:



В качестве индикатора используется хромат калия, который реагирует с избытком нитрата серебра с образованием хорошо заметного красно-бурого осадка хромата серебра:



Титрование можно выполнять в пределах pH 5.0 – 8.0.

### Лабораторная работа № 17

#### Определение хлорид-ионов методом аргентометрии

Раствор нитрата серебра (0.0500 н), раствор хромата калия (10 %).

В коническую колбу для титрования отберите 100 мл анализируемой воды. Добавьте 5-10 капель раствора хромата калия. Аккуратно перемешайте содержимое колбы. Оттитруйте пробу 0.0500 н раствором нитрата серебра при перемешивании до появления не исчезающей красно-бурой окраски (начало выпадения  $\text{Ag}_2\text{CrO}_4$ ). Определите объем раствора, израсходованный на титрование ( $V_{\text{AgNO}_3}$ , мл). Рассчитайте массовую концентрацию хлорид-аниона ( $C_{\text{Cl}}$ , мг/л):

$$C_{\text{Cl}} = \frac{1000C_{\text{AgNO}_3} V_{\text{AgNO}_3} \mathcal{E}_{\text{Cl}}}{V_{\text{H}_2\text{O}}}$$

где  $V_{\text{AgNO}_3}$  – объем раствора нитрата серебра, израсходованный на титрование, мл;  
 $C_{\text{AgNO}_3}$  – нормальная концентрация раствора нитрата серебра (0.0500 н);  $V_{\text{H}_2\text{O}}$  – объем анализируемой воды, мл (100);  $\mathcal{E}_{\text{Cl}}$  – эквивалентная масса хлора (35.46); 1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из г/л в мг/л.

#### Сухой остаток

Сухой остаток характеризует содержание в воде нелетучих растворенных веществ (главным образом минеральных) и органических веществ, температура кипения которых превышает 105 – 110 °С. Сухой остаток определяют гравиметрическим и расчетным методами. Перед определением сухого остатка пробу необходимо фильтровать либо отстаивать для отделения от взвешенных веществ. Гравиметрический (весовой) метод основан на определении веса высушенного остатка, полученного после выпаривания пробы. При гравиметрическом определении сухого остатка сначала проводят выпаривание основной массы пробы, которая может составлять 250–500 мл. Далее оставшуюся часть пробы высушивают во взвешенной, доведенной до постоянной массы чашке (стакане, тигле) в сушильном шкафу в стандартных условиях при температуре 104 °С в течение 1–2 часов. При этом удаляются влага и все летучие органические вещества, однако сохраняется почти вся кристаллизационная вода солей –

---

---

кристаллогидратов. Величину сухого остатка определяют по разности масс остатка пробы до и после высушивания. Взвешивание выполняют на аналитических весах с погрешностью не более  $\pm 1$  мг. Перед взвешиванием тигель необходимо охладить до комнатной температуры. Величину сухого остатка можно также оценить расчетным методом. При этом надо суммировать полученные в результате анализов концентрации растворенных в воде минеральных солей, а также органических веществ (гидрокарбонат суммируется в количестве 50 %). Для питьевой и природной воды величина сухого остатка практически равна сумме массовых концентраций анионов (карбоната, гидрокарбоната, хлорида, сульфата) и катионов (кальция, магния, натрия и калия). Величина сухого остатка для поверхностных вод водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования не должна превышать 1000 мг/л (в отдельных случаях допускается до 1500 мг/л).

### Лабораторная работа № 18

#### Определение сухого остатка гравиметрическим методом

Подготовьте предварительно чистую фарфоровую чашечку или стакан: высушите ее в сушильном шкафу при температуре 104 °С не менее часа; с помощью щипцов достаньте чашечку из сушильного шкафа, дайте ей остыть до комнатной температуры и определите массу пустой чашечки ( $m_1$ ) в г, взвесив ее на аналитических весах с точностью до  $\pm 0.0001$  г. Манипуляции с чашечкой выполняйте с помощью щипцов! Не прикасайтесь руками к чашечке, т.к. это может вызвать изменение массы (внести ошибки) при последующем взвешивании!

Мерным стаканом поместите в чашечку 100 мл анализируемой воды. Поместите чашечку в сушильный шкаф при температуре 104 °С на ночь для выпаривания. С помощью щипцов достаньте чашечку из сушильного шкафа, дайте ей остыть до комнатной температуры и определите массу чашечки с остатком ( $m_2$ ) в г, взвесив ее на аналитических весах с точностью до  $\pm 0.0001$  г. Рассчитайте величину сухого остатка ( $C_{CO}$ ) в мг/л:

$$C_{CO} = \frac{10^6(m_2 - m_1)}{V_{H_2O}}$$

где  $m_2$  и  $m_1$  – вес чашки с остатком после высушивания и пустой чашки соответственно, г;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (100);  $10^6$  – коэффициент пересчета единиц измерения из г/мл в мг/л.

#### ***Нитраты***

Загрязнение воды нитратами может быть обусловлено как природными, так и антропогенными причинами. Существенному повышению количества нитратов в природных водах способствуют азотные удобрения. Концентрация нитратов в дренажных сельскохозяйственных водах может превышать 120 мг/л. В естественных (природных) условиях количество их не превышает 9 мг/л. Наибольшее количество (свыше 200 мг/л) нитратов находится в бытовых стоках и в стоках животноводческих комплексов. Грунтовые воды содержат, как правило, меньше нитратов, чем поверхностные, поскольку почва служит своего рода «фильтром» по пути передвижения нитратного азота. Чем глубже залегают

---

---

грунтовые воды, тем меньше содержится в них нитратов. В результате деятельности бактерий в водоемах аммонийные ионы могут переходить в нитрат-ионы. Повышенное содержание нитратов в поверхностных водоемах ведет к их зарастанию, азот, как биогенный элемент, способствует росту водорослей и бактерий. Это называется процессом эвтрофикации. Процесс этот весьма опасен для водоемов, так как последующее разложение биомассы растений израсходует весь кислород в воде, что, в свою очередь, приведет к гибели фауны водоема. Опасны нитраты и для человека. Смертельная доза нитратов для человека составляет 8 - 15 г. ПДК нитратов в воде составляет 45 мг/дм<sup>3</sup>. Городские жители обычно пьют воду, в которой содержится нитратов до 20 мг/л, жители же сельской местности – 20 - 80 мг/л нитратов.

### **Лабораторная работа № 19**

#### **Потенциометрическое определение нитратов**

При проведении ионометрических определений необходимо, чтобы измеряемые растворы имели постоянную ионную силу. Это достигается введением индифферентного электролита – буферного раствора или другого раствора с достаточно большой ионной силой (например, 1 М раствора сульфата калия).

Концентрацию нитрат-ионов определяют методом градуировочного графика. Используют стандартный раствор нитрата калия или натрия с концентрацией 0.1 М.

1) Приготовление серии стандартных растворов для построения градуировочного графика путем последовательного разбавления.

В мерную колбу на 50 мл отмерьте пипеткой 5 мл стандартного раствора, 5 мл ацетатного буферного раствора и доведите дистиллированной водой до метки. Раствор перенесите в стаканчик – это будет раствор № 1.

Для приготовления раствора № 2 возьмите из раствора № 1 пипеткой такую же aliquоту (5 мл), перенесите ее в ту же мерную колбу, предварительно ополоснув ее дистиллированной водой, добавьте такое же количество буфера и доведите водой до метки. Полученный раствор перенесите в стаканчик – это будет раствор № 2.

Из раствора № 2 приготовьте раствор № 3 по такой же схеме. Приготовьте 5-6 таких растворов. Последний из приготовленных растворов должен иметь концентрацию на уровне  $n \times 10^{-6}$  моль/л.

Концентрацию определяемого иона рассчитайте по формуле:

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2,$$

где  $N_1$  и  $N_2$  – нормальные (молярные) концентрации первоначального стандартного раствора и получающего после разбавления в мерной колбе, соответственно;  $V_1$  и  $V_2$  – объемы используемых растворов до разбавления (объем, отмеренный пипеткой, 5 мл) и после разбавления (объем колбы, 50 мл).

2) Проведение потенциометрических измерений с приготовленными растворами.

В стаканчик (электрохимическую ячейку) с приготовленным раствором с наименьшей концентрацией (это раствор № 6) внесите нитратселективный электрод и электрод сравнения и измерьте потенциал системы. Потенциал

---

---

системы равен разности между потенциалом индикаторного (ионоселективного электрода) и потенциалом электрода сравнения (хлорсеребряный электрод):

$$E_{\text{системы}} = E_{\text{инд}} - E_{\text{ср}}$$

После каждого измерения ячейку и электроды промойте дистиллированной водой и протрите фильтровальной бумагой.

Такие же операции проведите со всеми приготовленными растворами (от более разбавленных растворов к более концентрированным). По полученным данным постройте градуировочный график в координатах «потенциал, мВ – отрицательный логарифм концентрации определяемого иона ( $pNO_3^-$ )».

3) Определение концентрации нитрат-ионов в анализируемой воде.

Определенный объем исследуемого раствора (10 мл) внесите в мерную колбу на 50 мл, добавьте 5 мл ацетатного буферного раствора, доведите до метки дистиллированной водой. Полученный раствор перенесите в стаканчик для потенциометрических измерений. Измерьте потенциал нитратселективного электрода относительно электрода сравнения. По градуировочному графику определите концентрацию нитрат-ионов в анализируемом растворе.

Рассчитайте содержание нитратов в анализируемой воде  $C_{NO_3^-}$  в мг/л:

$$C_{NO_3^-} = \frac{C_{NO_3^-} V_{\text{колбы}} \mathcal{E}_{NO_3^-} \times 1000}{V_{H_2O}}, \quad \text{где } C_{NO_3^-} = 10^{-pNO_3^-}$$

$V_{\text{колбы}}$  – объем мерной колбы, мл (50);  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (10);  $\mathcal{E}_{NO_3^-}$  – эквивалентная масса нитрат-иона (52).

### **Фосфаты**

В сточных, как и в природных водах фосфор может находиться в различных видах: в виде растворимых соединений ( $H_3PO_4$ ,  $H_2PO_4^-$ ,  $HPO_4^{2-}$ ,  $PO_4^{3-}$ , мета-, пиро- и полифосфаты, фосфорсодержащие органические соединения) и в виде труднорастворимых фосфатов в составе взвешенных частиц. Часть пробы фильтруют и в фильтрате определяют содержание растворимых форм фосфора. Другую часть пробы гомогенизируют и находят в ней суммарное содержание всех форм фосфора – «общий фосфор». При определении содержания фосфатов в воде консервирование пробы подкислением недопустимо.

## **Лабораторная работа № 20**

### **Фотометрическое определение растворенных ортофосфатов**

#### **Реактивы:**

*Смешанный раствор:* непосредственно перед проведением анализа смешать 125 мл 20 % раствора серной кислоты, 50 мл 3 % раствора молибдата аммония  $(NH_4)_6Mo_7O_{24} \times 4H_2O$ , 50 мл 2.2 % раствора аскорбиновой кислоты, 25 мл 0.07 % раствора антимоилтартрата калия  $KSbH_4O_6 \times 4H_2O$  и 10 мл 10 % раствора сульфаминовой кислоты.

*Фосфат калия, основной раствор,* содержащий 0.5 г/л  $PO_4^{3-}$  и 2 мл хлороформа в литре раствора.

*Рабочий раствор 1:* разбавить 10 мл *основного раствора* до 1 л дистиллированной водой. Готовить непосредственно перед использованием.



---

---

*Рабочий раствор 2:* разбавить 50 мл *рабочего раствора 1* до 250 мл дистиллированной водой. Готовить непосредственно перед использованием.

**Ход определения.** К 50 мл профильтрованной через плотный бумажный фильтр анализируемой воды добавьте 2 мл смешанного раствора, затем – 0.5 мл раствора аскорбиновой кислоты. Перемешайте. Если анализируемая проба содержит полифосфаты или органические соединения фосфора, измерение оптической плотности раствора необходимо провести через 5-15 минут. Если легко гидролизующихся соединений нет, проводить измерение можно в течение часа. Измерение проводите при  $\lambda = 880$  нм. Результат определения найдите по градуировочному графику, для построения которого отбетире 0, 1.0, 2.5, 5.0, ..., 50.0 мл рабочего раствора 2, разбавьте каждый раствор до 50 мл и далее продолжайте, как в ходе определения.

### Катионный состав воды

Ионы щелочноземельных металлов - магния и кальция - определяют общую жесткость воды. Жесткость воды принято выражать в миллиграмм-эквивалентах на литр. Различают карбонатную и некарбонатную жесткость, сумма которых равна общей жесткости воды. Первая обусловлена растворенными в воде карбонатами и гидрокарбонатами  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ , вторая - остальными солями этих катионов (хлоридами, сульфатами и др.). Различают также кальциевую и магниевую жесткость воды. В других странах жесткость воды выражают в условных градусах: немецкий градус соответствует 10 мг CaO в 1 л воды (1 мг MgO эквивалентен 1.4 мг CaO); французский градус - 10 мг  $\text{CaCO}_3$  в 1 л воды; американский градус - 1 мг  $\text{CaCO}_3$  в 1 л воды; английский градус - 10 мг  $\text{CaCO}_3$  в 0.7 л воды. Ион магния очень распространен в природных водах; по общему содержанию в воде он занимает второе место среди катионов. В маломинерализованных водах первое место принадлежит  $\text{Ca}^{2+}$ , в сильноминерализованных -  $\text{Na}^+$ . Поступают ионы магния в воду при растворении содержащейся в ней углекислотой доломитов ( $\text{MgCO}_3 + \text{CaCO}_3$ ), мергелей и продуктов выветривания таких коренных пород, как биотит, оливин и др.; растворимость  $\text{MgCO}_3$  значительно выше растворимости  $\text{CaCO}_3$ . Ион кальция - главный катион в маломинерализованных водах. Однако в связи с малой растворимостью  $\text{CaCO}_3$  и  $\text{CaSO}_4$  концентрация  $\text{Ca}^{2+}$  в природных водах очень редко превышает 1 г/л. Обычно она значительно ниже. В гидрокарбонатных водах с минерализацией до 500 мг/л соотношение  $\text{Ca}^{2+}/\text{Mg}^{2+}$  находится в пределах от 4/1 до 2/1, что объясняется большим содержанием в осадочных породах кальция, чем магния. С увеличением минерализации воды до 1000 мг/л это соотношение доходит до 1/1, при дальнейшем повышении минерализации содержание  $\text{Mg}^{2+}$  обычно превышает содержание  $\text{Ca}^{2+}$ . Поступают ионы кальция в природные воды при растворении известняков и гипса.

Из ионов щелочных металлов в природных, особенно в морских, водах находятся в больших количествах ионы натрия, в меньших - калия, а также рубидия (около 0.2 мг/л) и лития (около 0.1 мг/л). По распространенности в природных водах  $\text{Na}^+$  занимает первое место, составляя более половины всех

---

---

содержащихся в них катионов. В пресных водах концентрация  $\text{Na}^+ + \text{K}^+$  обычно не превышает нескольких миллиграммов на литр; с увеличением минерализации содержание натрия резко возрастает. В водах с солесодержанием несколько граммов на 1 кг  $\text{Na}^+$  обычно становится доминирующим катионом; в морской воде его содержание составляет почти 84 % массы всех присутствующих в ней катионов. Поступление ионов  $\text{Na}^+$  и  $\text{K}^+$  в природные воды обусловлено выщелачиванием их при выветривании коренных пород, содержащих алюмосиликаты натрия (оливина, альбита, нефелина и др.), и кислых пород вулканического происхождения, содержащих калий (ортоклаза, мусковита, плагиоклаза, биотита и др.). Ионы  $\text{Na}^+$  появляются и в результате растворения  $\text{NaCl}$ , присутствующего в осадочных породах. В породах вулканического происхождения содержание натрия и калия примерно одинаковое. Большое значение отношения  $\text{Na}^+/\text{K}^+$  в воде объясняется лучшей сорбцией  $\text{K}^+$  поглощающим комплексом почв и пород, а также тем, что он извлекается растениями в больших количествах, чем натрий.

Железо в природных водах встречается в виде двух- и трехвалентных ионов, а также в виде органических и неорганических соединений, находящихся в коллоидном состоянии, или в виде тонкодисперсных взвесей (органоккомплексы железа, гидроксиды окисного и закисного железа, сульфиды и др.). В подземных водах при отсутствии растворенного кислорода железо преимущественно находится в виде двухвалентных ионов. Содержание железа в поверхностных водах доходит иногда до 1 мг/л; в подземных - до 10 мг/л и более. Воды, количество железа в которых велико, обычно имеют кислую реакцию. Появляется железо в природных водах в результате перехода его из различных горных пород под действием окислителей (кислорода) или кислот (угольной, органических). Марганец в природных водах содержится, как правило, в меньших концентрациях, чем железо, и встречается реже. В подземных водах, не содержащих растворенного кислорода, он находится в виде двухвалентных ионов, в поверхностных водах - в виде органических соединений, в том числе в коллоидном состоянии.

Другие металлы встречаются в природной воде в очень незначительных концентрациях. В водах рек и пресных озер в среднем содержится, мг/л:  $\text{Co} - 0.0048$ ,  $\text{Ni} - 0.001$ ,  $\text{Zn} - 0.02$ ,  $\text{Cu} -$  от 0.0001 до 0.01; наблюдается некоторое повышение содержания этих металлов в воде вблизи рудных месторождений. Большие концентрации металлов в воде - результат промышленного загрязнения.

Радиоактивные элементы находятся в крайне рассеянном состоянии почти по всех водах, что обусловлено их распространением в горных и осадочных породах. В воде рек содержится около  $2 \cdot 10^{-8}$  г/л урана, около  $10^{-9}$  мг/л радия; при больших концентрациях этих элементов вода считается радиевой.

### **Лабораторная работа № 21** **Определение содержания калия и натрия** **методом фотометрии пламени**

Определение содержания  $\text{Na}^+$  и  $\text{K}^+$  проводится методом сравнения.

Приготовление эталонного раствора. В колбу на 100 мл отберите 10 мл стандартного раствора натрия с концентрацией 100 мкг/мл и 4 мл раствора калия

---

---

с концентрацией 100 мкг/мл, доведите до метки дистиллированной водой. ( $C_{Na} = 10$  мг/л,  $C_K = 4$  мг/л).

Анализируемый раствор разбавьте таким образом, чтобы предполагаемое содержание ионов калия и натрия было 1 – 10 мг/л и 2 - 20 мг/л, соответственно.

На приборе по дистиллированной воде установите ноль. Измерьте сигнал эталонных растворов и установите стрелку показания прибора около 50, после этого по дистиллированной воде снова установите ноль и затем измерьте сигнал эталонного раствора и анализируемого раствора (светофильтр №1 для натрия, светофильтр №2 для калия). Запишите показания прибора.

Содержание ионов  $Na^+$  и  $K^+$  в мг/л вычислите по формуле:

$$C_{Na} = \frac{10 \times I_{Na} V_{колбы}}{I_{этNa} V_{H_2O}}, \quad C_K = \frac{4 \times I_K V_{колбы}}{I_{этK} V_{H_2O}}$$

где  $I_{Na}$  и  $I_K$  – показания анализируемого раствора при определении ионов натрия и калия, соответственно, мкА;  $I_{этNa}$  и  $I_{этK}$  – показания эталонных растворов натрия и калия, соответственно, мкА;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл;  $V_{колбы}$  – объем колбы, мл (100).

### **Лабораторная работа № 22**

#### **Определение жесткости воды**

В коническую колбу для титрования поместите 100 мл анализируемой воды. Добавьте 15 мл аммиачного буфера и, если потребуется, доведите рН раствором щелочи (2 н NaOH) до рН 11-12. Добавьте индикатор эриохромчерный, тщательно перемешайте до растворения индикатора (раствор окрасится в вишнево-красный цвет) и титруйте 0.05 н раствором трилона Б до чисто синей окраски. Рассчитайте жесткость воды в мг-экв/л:

$$Ж = \frac{1000 C_{тр} V_{тр}}{V_{H_2O}}$$

где  $C_{тр}$  – нормальная концентрация трилона Б (0.05 н);  $V_{тр}$  – объем трилона Б, затраченный на титрование, мл;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (100).

### **Лабораторная работа № 23**

#### **Определение содержания кальция и магния методом комплексометрического титрования**

В коническую колбу для титрования поместите 100 мл анализируемой воды. Добавьте 15 мл аммиачного буфера и, если потребуется, доведите рН раствором щелочи (2 н NaOH) до рН 11-12. Добавьте индикатор эриохромчерный, тщательно перемешайте до растворения индикатора (раствор окрасится в вишнево-красный цвет) и титруйте 0.05 н раствором трилона Б до чисто синей окраски. Измерьте объем трилона Б, затраченный на титрование ( $V_1$ ).

В коническую колбу для титрования поместите 100 мл анализируемой воды. Добавьте 2 мл 20 %-ного раствора NaOH и индикатор мурексид до образования красной окраски, тщательно перемешайте до растворения индикатора и титруйте 0.05 н раствором трилона Б до фиолетовой окраски. Измерьте объем трилона Б, затраченный на титрование ( $V_2$ ). Рассчитайте содержание  $Mg^{2+}$  и  $Ca^{2+}$  в мг/л:

$$C_{Ca^{2+}} = \frac{1000C_{mp} V_2 \mathcal{E}_{Ca}}{V_{H_2O}}$$

$$C_{Mg^{2+}} = \frac{1000C_{mp} (V_1 - V_2) \mathcal{E}_{Mg}}{V_{H_2O}}$$

где  $\mathcal{E}_{Ca}$  – эквивалентная масса кальция, 20.04 г/моль;  $\mathcal{E}_{Mg}$  – эквивалентная масса магния, 12.15 г/моль;  $C_{mp}$  – нормальная концентрация трилона Б (0.05 н);  $V_1$  – объем трилона Б, затраченного на титрование магния и кальция, мл;  $V_2$  – объем трилона Б, затраченного на титрование кальция, мл;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (100).

### Лабораторная работа № 24

#### Определение содержания железа (III) методом комплексонометрического титрования

В коническую колбу для титрования поместите 100 мл анализируемой воды. По каплям добавьте концентрированный аммиак до появления не исчезающей мути, которую затем растворите, приливая по каплям концентрированную соляную кислоту, и доведите рН раствора до значения 1 - 2 с помощью 2 М раствора соляной кислоты. Нагрейте раствор до температуры 50 – 60 °С. Добавьте 1 мл индикатора сульфосалициловой кислоты и оттитруйте 0.0250 М раствором трилона Б до перехода красно-фиолетовой окраски в светло-желтую. Определите объем трилона Б, затраченного на титрование. Рассчитайте содержание  $Fe^{3+}$  в мг/л:

$$C_{Fe} = \frac{1000C_{mp} V_{mp} M_{Fe}}{V_{H_2O}}$$

где  $M_{Fe}$  – молярная масса железа, 55.85 г/моль;  $C_{mp}$  – молярная концентрация трилона Б (0.0250 М);  $V_{mp}$  – объем трилона Б, затраченного на титрование;  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (100).

### Лабораторная работа № 25

#### Определение содержания меди (II) потенциометрическим методом

При проведении ионометрических определений необходимо, чтобы измеряемые растворы имели постоянную ионную силу. Это достигается введением индифферентного электролита – буферного раствора или другого раствора с достаточно большой ионной силой (например, 1 М раствора нитрата калия).

Концентрацию ионов меди (II) определяют методом градуировочного графика. Используют стандартный раствор нитрата меди 0.1 М.

1) Приготовление серии стандартных растворов для построения градуировочного графика путем последовательного разбавления.

В мерную колбу на 50мл отмерьте пипеткой 5 мл стандартного раствора, 5 мл 1 М раствора нитрата калия и доведите дистиллированной водой до метки. Раствор перенесите в стаканчик – это будет раствор № 1. Для приготовления раствора № 2 возьмите из раствора № 1 пипеткой такую же аликвоту (5 мл), перенесите ее в ту же мерную колбу, предварительно ополоснув ее

дистиллированной водой, добавьте такое же количество нитрата калия и доведите водой до метки. Полученный раствор перенесите в стаканчик – это будет раствор № 2. Приготовьте 5-6 растворов по такой же схеме. Последний из приготовленных растворов должен иметь концентрацию на уровне  $n \times 10^{-6}$  моль/л. Концентрацию определяемого иона рассчитайте по формуле:

$$N_1 \times V_1 = N_2 \times V_2,$$

где  $N_1$  и  $N_2$  – нормальные (молярные) концентрации первоначального стандартного раствора и получающего после разбавления в мерной колбе, соответственно;  $V_1$  и  $V_2$  – объемы используемых растворов до разбавления (объем, отмеренный пипеткой, 5 мл) и после разбавления (объем колбы, 50 мл).

2) Проведение потенциометрических измерений с приготовленными растворами.

В стаканчик (электрохимическую ячейку) с приготовленным раствором с наименьшей концентрацией (это раствор № 6) внесите медьселективный электрод и электрод сравнения и измерьте потенциал системы. Потенциал системы равен разности между потенциалом индикаторного (ионоселективного электрода) и потенциалом электрода сравнения (хлорсеребряный электрод):

$$E_{\text{системы}} = E_{\text{инд}} - E_{\text{ср}}$$

После каждого измерения ячейку и электроды промойте дистиллированной водой и протрите фильтровальной бумагой.

Такие же операции проведите со всеми приготовленными растворами (от более разбавленных растворов к более концентрированным). По полученным данным постройте градуировочный график в координатах «потенциал, мВ – отрицательный логарифм концентрации определяемого иона ( $pCu^{2+}$ ).

3) Определение концентрации ионов меди (II) в анализируемой воде.

Определенный объем исследуемого раствора (10 мл) внесите в мерную колбу на 50 мл, добавьте 5 мл 1 М раствора нитрата калия, доведите до метки дистиллированной водой. Полученный раствор перенесите в стаканчик для потенциометрических измерений. Измерьте потенциал медьселективного электрода относительно электрода сравнения. По градуировочному графику определите концентрацию ионов меди в анализируемом растворе.

Рассчитайте содержание ионов меди в анализируемой воде  $C_{Cu^{2+}}$  в мг/л:

$$C_{Cu^{2+}} = \frac{C_{Cu^{2+}} V_{\text{колбы}} \mathcal{E}_{Cu^{2+}} \times 1000}{V_{H_2O}}, \text{ где } C_{Cu^{2+}} = 10^{-pCu^{2+}}$$

$V_{\text{колбы}}$  – объем мерной колбы, мл (50);  $V_{H_2O}$  – объем анализируемой воды, мл (10);  $\mathcal{E}_{Cu^{2+}}$  – эквивалентная масса меди (64).

## Лабораторная работа № 26

### Определение содержания ионов свинца потенциометрическим методом

Концентрацию ионов свинца определяют методом градуировочного графика. Используют стандартный раствор нитрата свинца 0.1 М.

1) Приготовление серии стандартных растворов для построения градуировочного графика проведите, как описано в работе № 25.

---

---

2) Проведение потенциометрических измерений с приготовленными растворами проведите, как описано в работе № 25, но с использованием свинецселективного электрода.

3) Определение концентрации ионов свинца в анализируемой воде проведите, как описано в работе № 25, но с использованием свинецселективного электрода.

Рассчитайте содержание ионов свинца в анализируемой воде  $C_{Pb^{2+}}$  в мг/л:

$$C_{Pb^{2+}} = \frac{C_{Pb^{2+}} V_{\text{колбы}} \mathcal{E}_{Pb^{2+}} \times 1000}{V_{H_2O}}, \text{ где } C_{Pb^{2+}} = 10^{-pPb^{2+}}$$

$V_{\text{колбы}}$  – объем мерной колбы, мл (50);  $V_{H_2O}$  - объем анализируемой воды, мл (10);

$\mathcal{E}_{Pb^{2+}}$  - эквивалентная масса свинца (207).

## ПРИЛОЖЕНИЕ

### Трилонометрический метод определения содержания кальция (иона $\text{Ca}^{2+}$ ) с индикатором кальцеином

К объему исследуемой воды (25 мл) добавить 2 мл 30 % раствора КОН ( $\text{pH} > 12$ ), сухой индикатор кальцеин (1%) и титровать трилоном Б (0.05 н). Переход окраски от зеленого к розовому.

$$C(\text{Ca}^{2+}), \text{ мг/л} = (V_{\text{тр}} \times C_{\text{М(тр)}}) \times 40.08 \times 1000 / V_{\text{H}_2\text{O}}$$

$$C(\text{Mg}^{2+}), \text{ мг/л} = (V'_{\text{тр}} - V_{\text{тр}}) \times C_{\text{М(тр)}} \times 24.32 \times 1000 / V_{\text{H}_2\text{O}}$$

$V_{\text{тр}}$  – объем трилона Б, затраченный на титрование кальция с кальцеином

$V'_{\text{тр}}$  – объем трилона Б, затраченный на титрование при определении общей жесткости воды (в пересчете на тот объем воды, что был взят для определения кальция)

$C_{\text{М(тр)}}$  – молярная концентрация трилона Б ( $C_{\text{М(тр)}} = 0.5C_{\text{Н(тр)}} = 0.05:2 = 0.025 \text{ М}$ )

40.08 – атомный вес кальция, 24.32 – атомный вес магния

### Определение содержания железа

*Качественное определение с приближенной количественной оценкой.*

Налить в мерную пробирку 10 мл исследуемой воды, добавить 2 капли конц. НСl, несколько кристалликов персульфата аммония  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  и 0.2 мл конц. раствора роданида аммония или калия. После внесения каждого реактива содержимое пробирки перемешать. Приближенную концентрацию железа определить по таблице:

Окрашивание при рассмотрении сбоку	Окрашивание при рассмотрении сверху	Концентрация железа, мг/л
Окрашивания нет	Окрашивания нет	Менее 0.05
Едва заметное желтовато-розовое	Очень слабое желтовато-розовое	0.1
Очень слабое желтовато-розоватое	Слабое желтовато-розоватое	0.25
Слабое желтовато-розоватое	Светло-желтовато-розоватое	0.5
Светло-желтовато-розовое	Желтовато-розовое	1.0
Сильное желтовато-розовое	Желтовато-красное	2.0
Светлое желтовато-красное	Ярко-красное	Более 2.0

*Количественное определение железа.*

В стаканчик с помощью мерной колбы отобрать 50 мл исследуемой воды (если содержание железа менее 1 мг/л). Если содержание железа более 1 мг/л, необходимо в мерной колбе предварительно разбавить пробу дистиллированной водой. Добавить 1 мл НСl (плотность 1.12 г/см<sup>3</sup>, примерно 24%), несколько кристаллов персульфата аммония и 1 мл раствора роданида калия. После перемешивания сразу же измерить оптическую плотность при  $\lambda = 490-500 \text{ нм}$  в кювете толщиной 2-5 см по отношению к раствору сравнения (готовится так же, как раствор пробы, только вместо исследуемой воды добавляется

---

---

дистиллированная вода). Концентрацию железа находят по калибровочному графику. Если проводилось разбавление исследуемой воды, концентрацию железа находят по формуле:  $X=(C \times 50)/V$ , где  $C$  – концентрация железа, найденная по графику,  $V$  – объем пробы, взятый для определения.

#### **Определение содержания нитратов**

Пипеткой отобрать 10 мл исследуемой воды и поместить в фарфоровую чашку. Прибавить 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпарить на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажнить 1 мл концентрированной серной кислоты, растереть стеклянной палочкой и оставить на 10 мин. Затем прибавить 10 мл дистиллированной воды и количественно перенести в мерную колбу объемом 50 мл. Прибавить 7 мл 10 н раствора гидроксида натрия, довести дистиллированной водой до метки и перелить в стаканчик. В течение 10 мин окраска не изменяется. Измерить оптическую плотность с фиолетовым светофильтром. Из найденного значения оптической плотности вычесть оптическую плотность нулевой пробы и найти содержание нитратов по калибровочному графику.

#### **Определение содержания сульфатов турбидиметрическим методом**

5 мл исследуемой воды поместить в мерный цилиндр объемом 10 мл, добавить 1-2 капли  $HCl$  (1:1) и 5 мл гликолевого реагента, содержащего хлорид бария, тщательно перемешать. Через 30 минут измерить оптическую плотность смеси в кювете толщиной 2 см со светофильтром  $\lambda=364$  нм. Раствор сравнения - исследуемая проба воды с добавлением гликолевого реагента без хлорида бария. Найти содержание сульфатов по калибровочной кривой.

### **МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

#### **К ВЫПОЛНЕНИЮ УИРС ПО АНАЛИЗУ ВОДЫ**

Выполнение УИРС по анализу воды студентами 2 курса химического факультета является итоговой работой, проводимой каждым студентом, и завершающей практикум по качественному и количественному анализу.

Выполнение этой работы предполагает самостоятельную разработку студентом методики анализа предложенного ему объекта, составленную на основании литературных данных, и проведение качественного и количественного анализа.

В качестве объекта анализа студентам предлагаются воды различного происхождения – сточные, водопроводные, природные, минеральные.

Выполняя работу, студент должен:

- 1) составить краткий реферат по теме работы, включающий в себя известные литературные данные по анализу воды данного типа;
- 2) на основании литературных данных составить примерную схему анализа объекта и обсудить ее с преподавателем;
- 3) в соответствии с разработанной схемой провести практический анализ заданного объекта;
- 4) написать подробный отчет о ходе анализа и сделать соответствующие выводы.



---

---

## **Основные требования к выполнению работы**

### **1. РЕФЕРАТ**

Реферат должен представлять собой литературный обзор, содержащий краткую характеристику объекта анализа, а также обзор известных методов анализа вод данного типа. Объем реферата - 5-10 страниц рукописного текста. При составлении реферата студент пользуется общей литературой, а также дополнительной, рекомендуемой преподавателем. Если в качестве цели работы предлагается определение конкретно одного или нескольких элементов, то в реферате также должны быть сообщены основные методы определения этих элементов. Оформление реферата проводится в соответствии с общепринятыми требованиями. Ссылки на использованную литературу в тексте обязательны. Нумерация литературных источников, как в тексте, так и в отчете о практической работе должна быть сквозной. Ссылка в тексте обозначается цифрой, заключенной в квадратные скобки, например [5]. Фамилии советских авторов, приведенные в тексте, следует указывать с инициалами, фамилии зарубежных авторов - в русской транскрипции без инициалов. В списке литературы фамилии иностранных исследователей приводятся в оригинальной транскрипции с инициалами. В реферате, а также и в отчете, никаких сокращений слов, кроме общепринятых, применять нельзя.

### **2. ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА.**

При выполнении практической части работы студент должен проанализировать образец в соответствии с литературными сведениями об анализе подобных объектов, т.е. определить, какие катионы и анионы содержатся в исследуемом растворе или определить наличие или отсутствие одного или нескольких элементов в соответствии с заданием преподавателя.

При выполнении анализа следует пользоваться в случае необходимости методами разделения и концентрирования, как рекомендованными в литературе, так и изученными студентами в процессе прохождения практикума по качественному анализу: дробное осаждение, хроматография, экстракция и др.

Правильность выполнения практической работы проверяется преподавателем.

### **3. ОФОРМЛЕНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ**

Оформленная работа должно включать следующие позиции:

- название работы;
- цель работы;
- используемые реактивы и оборудование;
- описание выполняемой работы;
- уравнение реакции и формулы, используемые для расчета;
- таблица с данными, полученными при проведении измерений;
- статистическая обработка результатов и таблица с ее результатами;
- градуировочный график (если есть).

### **4. СОСТАВЛЕНИЕ ОТЧЕТА О ПРОДЕЛАННОЙ РАБОТЕ.**

В отчете должны быть подробно изложены все этапы практической работы; анализ должен быть описан в той же последовательности, в которой он проводился. Отчет должен содержать лаконичное перечисление всех проводимых операций с указанием наблюдаемых эффектов и выводы из наблюдаемого. В

---

---

случае обнаружения отдельных катионов и анионов в тексте отчета обязательно должно быть приведено полное уравнение соответствующей химической реакции. Результаты количественного анализа и их статистическая обработка должны быть оформлены в виде таблиц. Отчет должен завершаться выводом, в котором кратко фиксируются результаты практической работы, а также списком использованной литературы.

Список литературы оформляется следующим образом:

а) нумерация источников должна соответствовать очередности появления ссылок в тексте отчета;

б) сведения о книгах (монографиях, учебниках, справочниках и т.д.) включает в себя: фамилию и инициалы автора; заглавие книги; место издания, издательство и год издания, число страниц, например:

Алексеев В.Н. Курс качественного химического полумикроанализа. М.: Химия, 1963. - 123 с.;

в) сведения о статьях включают в себя: фамилию и инициалы автора, заглавие статьи, наименование издания, наименование серии, год выпуска, страницы, на которых помещена статья. Наименование журнала дается в соответствии с принятыми сокращениями. Например:

Иванов В.А. Определение микроколичеств вольфрама. // В.А. Иванов, Г.Б. Сидоров, П.И. Петров / Ж.аналит.химии, 1975.-Т.30.- №7. С. 125-132.

Полностью отчет о выполнении работы (включающий в себя реферат и собственно отчет) просматривается преподавателем и представляется студентом на экзамен по аналитической химии.

### **РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА**

1. <http://www.anchem.ru/literature/books/muraviev/>
2. Петин А.Н. Анализ и оценка качества поверхностных вод: учеб. пособие / А.Н. Петин, М.Г. Лебедева, О.В. Крымская. – Белгород: БелГУ, 2006. – 252 с.
3. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. – М.: Химия, 1984. – 448 с.
4. Методы анализа объектов окружающей среды. // Сб. научн. трудов. Новосибирск: Наука, 1988.
5. Руководство по методам химического анализа морских вод. / Под ред. Орадовского С. Р. М.: Гидрометеиздат, 1977.