

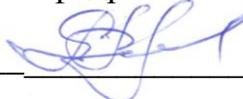
МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение высшего образования
«Тульский государственный университет»

Институт горного дела и строительства
Кафедра «Санитарно-технические системы»

Утверждено на заседании кафедры
«Санитарно-технические системы»
«22» января 2020 г., протокол № 6

Заведующий кафедрой



Р.А. Ковалев

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ
по выполнению лабораторных работ
по дисциплине (модулю)
«Химия воды»

основной профессиональной образовательной программы
высшего образования – программы бакалавриата

по направлению подготовки
08.03.01 – "Строительство"

с профилем
"Водоснабжение и водоотведение"

Форма(ы) обучения: очная, заочная

Идентификационный номер образовательной программы: 080301-02-20

Тула 2020 год

Разработчик(и) методических указаний

Сальников Б.Ф., доцент, к.т.н., доцент
(ФИО, должность, ученая степень, ученое звание)



(подпись)

Лабораторные работы проводятся в химической лаборатории "Очистка воды" (ауд. 8/210).

Форма отчетного журнала

1. Наименование дисциплины
2. Наименование лабораторной работы
3. Содержание отчета берется из указаний к конкретной лабораторной работе
4. Фамилия, инициалы студента, № группы (место для подписи).
5. Фамилия, инициалы лаборанта проводящего работу (место для подписи), (дата).
6. Фамилия, инициалы преподавателя принявшего работу (место для подписи), (дата).

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ №1

Качественный анализ минеральных примесей воды.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цель и задачи работы

Основной целью лабораторной работы является изучение качества, свойств и примесей природной воды, ознакомление студентов методами определения физических свойств, химического состава воды, приборами и оборудованием лаборатории качества воды, а также технологией отбора, хранения, транспортирования и анализа проб, методами приготовления растворов.

2. Основы теории

Природная вода - это многокомпонентная динамическая система, в состав которой входят газы, минеральные и органические вещества, а также микроорганизмы, находящиеся в растворенном, коллоидном и взвешенном состоянии.

В виде ионов, недиссоциированных молекул, коллоидов и взвесей в природных водах содержится свыше 50 элементов.

Из растворенных газов в природных водах чаще всего присутствуют: кислород, азот, углекислота, реже сероводород, метан. Их содержание во многом зависит от их природы, парциального давления, температуры и других факторов.

Большинство неорганических солей, кислот и гидроксидов растворимо в воде. Наиболее распространены в природных водах гидрокарбонатные, хлоридные и сульфатные соли щелочеземельных и

щелочных металлов, реже - нитраты, нитриты, силикаты, фториды, фосфаты и др.

Основным поставщиком органических веществ является почвенный гумус, продукты жизнедеятельности и распада растительных и животных организмов, сточные воды бытовых и промышленных предприятий.

Наличие взвешенных веществ в воде свидетельствует о ее загрязненности твердыми нерастворимыми примесями минерального и органического происхождения.

3. Объекты и средства исследования

Лабораторная работа состоит из двух частей:

- а. техника лабораторных работ при определении физических свойств воды;
- б. методы определения химического состава воды;

Определения производятся в лаборатории очистки воды. Лабораторная работа рассчитана на продолжительность исследования студентами в течение двух академических часов. Средства исследования приведены в разделе 4.

4. Подготовка к работе и программа работ

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы: первая подгруппа знакомится с техникой лабораторных работ по определению физических показателей воды, вторая - знакомится с химическим анализом воды.

4а. Техника лабораторных работ при определении физических свойств воды;

Взвешенные вещества.

При наличии взвешенных веществ до 100 мг/л их концентрацию определяют фотометрическим методом или весовым методом на мембранных фильтрах, при большей концентрации - весовым методом с бумажными фильтрами.

I. Определение взвешенных веществ при помощи мембранных фильтров.

Приборы и оборудование

1. фильтровальный аппарат Зейца с колбой для отсасывания, предохранительной склянкой и вакуум-насосом;
2. мембранные фильтры (предварительные или №4. Фильтры кипятят 15 мин в дистиллированной воде, затем их просушивают при температуре 105 °С до постоянной массы и

- взвешивают не менее трех раз. Фильтры нумеруют карандашом, а вес записывают в журнал;
3. сушильный шкаф;
 4. бюксы диаметром 40 мм;
 5. весы аналитические ВЛА-200;
 6. плитка электрическая;
 7. колбы конические.

Ход определения.

Предварительно взвешенный фильтр закрепляется в аппарате для фильтрования. Пробу объемом 200 мл фильтруют под вакуумом, при этом частички, прилипшие к стенкам аппарата смывают дистиллятом на фильтр.

После фильтрования аппарат разбирают, фильтр подсушивают на воздухе, а затем в сушильном шкафу в открытом бюксе. После сушки бюкс с фильтром закрывают и остужают в эксикаторе в присутствии на дне натронной извести для устранения влаги. Фильтр взвешивают на аналитических весах с точностью до 0,02 мг. Общее содержание взвеси определяется по формуле

$$X = (m_2 - m_1) \cdot 1000 / V,$$

где m_2 и m_1 - масса фильтра с осадком и чистого в мг;

V - объем пробы в мл.

II. Определение взвеси при помощи бумажных фильтров

Приборы и оборудование

1. сушильный шкаф;
2. бюксы диаметром 40 мм;
3. весы аналитические ВЛА-200;
4. бумажные фильтры (синяя лента);
5. колбы конические 1,5-2 л;
6. стаканы мерные 0,5 л..

Ход определения.

Объем пробы для фильтрования берется в зависимости от содержания взвеси в исходной воде. При содержании взвеси 100-500 мг/л объем пробы 0,25 л, при 50-100 мг/л - 0.5 л.

Воду фильтруют через предварительно высушенные бумажные фильтры, заправленные в воронку Бюхнера. Высушенный фильтр с бюксом охлаждают в эксикаторе и взвешиваются в бюксе до постоянного веса. Содержание взвеси определяется также как и в предыдущем случае.

III. Определение взвеси фотометрическим методом.

Приборы и оборудование

1. Фотоэлектрокалориметр КФК-2МП
2. колба коническая 0,5 л;
3. вода дистиллированная

Ход определения.

Метод основан на измерении коэффициента оптической плотности при измерении пробы воды и установлении концентрации по калибровочной кривой.

В правый и левый пучки света КФК с длиной волны 540 мк. устанавливаются кюветы длиной 5 см с исследуемой водой из которой предварительно фильтрованием удалены взвешенные вещества. Затем, заменив правую кювету с водой без взвеси на исследуемую воду, находят коэффициент оптической плотности и с помощью калибровочной кривой определяют содержание взвеси в исследуемой воде.

Цветность

Цветность природных вод зависит от наличия в них гумусовых веществ, коллоидных соединений железа, водорослей, бытовых и промышленных сточных вод. Цветность выражается в градусах платиново-кобальтовой шкалы.

Цветность определяется качественно и количественно. При качественном определении цветности профильтрованную воду наливают в высокий цилиндр и ставят на белую бумагу рядом с цилиндром с дистиллированной водой. Цвет исследуемой и дистиллированной воды сравнивают, рассматривая воду при рассеянном дневном освещении. Результат определения описывают словесно с указанием оттенка: бесцветная, слабо-желтая, зеленоватая, буроватая.

Количественно цветность воды устанавливают путем сравнения с эталонной шкалой визуально или на фотоэлектрокалориметре.

Приготовление платиново-кобальтовой шкалы.

в дистилляте растворяют 1,245 г хлорплатината калия и 1,01 г кристаллического хлорида кобальта, приливают 100 мл концентрированной соляной кислоты и доводят дистиллятом до 1 л. Цветность полученного раствора равняется 500 градусам. Из него готовят

шкалу цветности, разбавляя раствор в определенной пропорции дистиллятом. Шкалу цветности хранят в закрытых пробками цилиндрах Неслера в темном месте.

Для определения цветности визуальным сравнением находят цилиндр шкалы совпадающий с окраской исследуемой воды.

Фотокалориметрический метод анализа цветности основан на измерении оптической плотности растворов с интенсивной окраской. Измерение производят на КФК- 2МП, для чего предварительно готовят калибровочную кривую цветности. Методика измерения такая же как и при измерении мутности воды.

4б. Методы определения химического состава воды;

В зависимости от количества исследуемых компонентов и точности их определения химический анализ бывает трех типов: полный, сокращенный и полевой.

Результаты химических анализов выражают

1. в массовых количествах растворенных веществ в литре воды мг/л или мг/ кг;
2. в эквивалентных количествах растворенных веществ в литре воды (мг-экв/л). В этом случае число найденных миллиграммов данного иона делят на эквивалентную массу;
3. в процент-эквивалентах (%-экв/л).

Результаты химического анализа, выраженные в мг-экв/л , дают наглядное представление о количественном составе исследуемой воды и возможность контролировать точность проведения анализа. для чего проводится общий контроль анализа по эквивалентному содержанию ионов. Сумма анионов в мг-экв/л и сумма катионов примерно равны. Расхождение не должно превышать 5%.

В данной работе студент должен ознакомиться с некоторыми приборами и оборудованием, применяемым для определения химанализа.

Определение сухого остатка.

Приборы и оборудование

1. сушильный шкаф;
2. баня водяная;
3. весы аналитические ВЛА-200;
4. бумажные фильтры (синяя лента);
5. воронка;
6. цилиндр 0,25 л.
7. чашка фарфоровая.

8. карбонат натрия 1% раствор

Ход определения.

Исследуемую воду 500 мл профильтровывают через беззольный фильтр (синяя лента) и выпаривают в фарфоровой чашке в водяной бане. При выпаривании вносят в воду 25 мл 1% раствора соды. Выпаренный с содой сухой остаток высушивается до постоянной массы в сушильном шкафу при температуре 150 °С.

Величина сухого остатка $X_{с.о.}$ рассчитывается по формуле

$$X_{с.о.} = (n - n_1 - n_2) \cdot 10^6 / V$$

где n - масса чашки с осадком;

n_1 - масса пустой чашки, г;

n_2 - масса сухого остатка в растворе соды, г;

V - объем пробы в л.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ №2
Органолептические свойства различных образцов питьевой
воды.**

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цель и задачи работы

Основной целью лабораторной работы является изучение качества, свойств и примесей природной воды, ознакомление студентов методами определения физических свойств, химического состава воды, приборами и оборудованием лаборатории качества воды, а также технологией отбора, хранения, транспортирования и анализа проб, методами приготовления растворов.

2. Основы теории

Природная вода - это многокомпонентная динамическая система, в состав которой входят газы, минеральные и органические вещества, а также микроорганизмы, находящиеся в растворенном, коллоидном и взвешенном состоянии.

В виде ионов, недиссоциированных молекул, коллоидов и взвесей в природных водах содержится свыше 50 элементов.

Из растворенных газов в природных водах чаще всего присутствуют: кислород, азот, углекислота, реже сероводород, метан. Их содержание во многом зависит от их природы, парциального давления, температуры и других факторов.

Большинство неорганических солей, кислот и гидроксидов растворимо в воде. Наиболее распространены в природных водах гидрокарбонатные, хлоридные и сульфатные соли щелочеземельных и

щелочных металлов, реже - нитраты, нитриты, силикаты, фториды, фосфаты и др.

Основным поставщиком органических веществ является почвенный гумус, продукты жизнедеятельности и распада растительных и животных организмов, сточные воды бытовых и промышленных предприятий.

Наличие взвешенных веществ в воде свидетельствует о ее загрязненности твердыми нерастворимыми примесями минерального и органического происхождения.

3. Объекты и средства исследования

Лабораторная работа состоит из двух частей:

- а. техника лабораторных работ при определении физических свойств воды;
- б. методы определения органолептических свойств воды;

Определения производятся в лаборатории очистки воды. Лабораторная работа рассчитана на продолжительность исследования студентами в течение двух академических часов. Средства исследования приведены в разделе 4.

4. Подготовка к работе и программа работ

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы: первая подгруппа знакомится с техникой лабораторных работ по определению физических показателей воды, вторая - знакомится с органолептическим анализом воды.

Определение температуры воды.

Температуру воды измеряют калиброванными ртутными термометрами со стоградусной шкалой и ценой деления 0,1-0,5 °С. Температуру поверхностного слоя воды определяют поверхностными термометрами с делениями шкалы 0,2 °С. Температуру воды на глубине измеряют глубинными термометрами, которые вкладываются в металлическую оправу батометра. При отборе проб из крана температуру определяют в струе.

Приборы и оборудование

1. Термометр ртутный поверхностный в оправе с делениями 0,2 °С .
2. Термометр глубоководный максимальный с обрывающимся столбиком ртути.
3. Бутыль емкостью 1 литр для отбора проб.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К лабораторной работе №3

Определение общей и свободной щелочности воды

Содержание

1. Цель и задачи работы
 2. Основы теории
 3. Объекты и средства исследования
 4. Подготовка к работе и программа работы
 5. Выводы.
- Приложение 1.

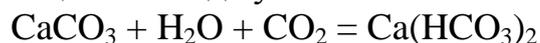
1. Цель и задачи работы

Основной целью лабораторной работы является привитие навыков химического анализа воды путем определения щелочности природной воды, анализов широко применяемых в практике лабораторного контроля подготовки воды для питьевого и промышленного водоснабжения.

2. Основы теории

Жесткость природных вод обусловлена присутствием в них ионов Ca^{2+} и Mg^{2+} . Эти элементы в природных условиях попадают в воду вследствие воздействия углекислого газа на карбонатные минералы или за счет продуктов микробиального распада, происходящего в увлажненных слоях почвы.

Так ионы Ca^{2+} попадают в воду при растворении известняков под действием содержащейся в воде углекислоты:



Основным источником ионов Mg^{2+} являются доломиты, растворяемые водой также при наличии угольной кислоты:



Наличие в воде больших количеств солей, обуславливающих жесткость, нежелательно так как такая вода становится непригодной для хозяйственно-бытовых и производственных нужд. Применение жесткой

воды для паровых котлов приводит к резкому ухудшению их работы и авариям.

Жесткость воды подразделяют на карбонатную, некарбонатную и общую.

Карбонатная или временная жесткость, представляющая собой часть общей жесткости, обусловлена присутствием в воде гидрокарбонатов кальция и магния. Эта жесткость почти полностью удаляется при кипячении, так как присутствующие в ней гидрокарбонаты подвергаются распаду с образованием карбоната кальция и гидроксида магния, выпадающих в осадок.

Некарбонатная жесткость обусловлена сульфатами и хлоридами кальция и магния.

Жесткость воды выражают в мг-экв/л.

Важным показателем качества природных вод, который приходится учитывать при многих процессах ее обработки, является общая щелочность воды и ее составляющие компоненты (гидрокарбонатная, карбонатная, гидратная) и в более редких случаях которая обусловлена солями слабых кислот (фосфорная, силикатная, гуматная).

Щелочность природных вод зависит в основном от содержания солей угольной кислоты. При цветности более 40° и высокой окисляемости следует отдельно учитывать величину гуматной щелочности.

В природной воде величина карбонатной жесткости практически равна щелочности воды из-за наличия в ней в основном гидрокарбонатных соединений. Щелочность воды, умягченной известью или известью и содой, обуславливается присутствием в ней гидратов, карбонатов и гидрокарбонатов.

3. Объекты и средства исследования

Объектом исследования является водопроводная вода, в которой необходимо определить:

1. Щелочность общую и ее компоненты (гидратную, карбонатную и гидрокарбонатную);
 2. Жесткость воды общую, карбонатную и некарбонатную;
- Определения производятся в лаборатории очистки воды.

4. Подготовка к работе и программа работ

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы.

А. Определение общей щелочности воды

Общая щелочность воды определяется суммой содержащихся в ней ионов HCO_3^- , CO_3^{2-} , OH^- и слабых кислот, образующих хлориды и сульфаты при взаимодействии с соляной и серной кислотой.

Приборы и оборудование

1. Пипетки на 100 мл;
2. бюретки на 25 мл;
3. колбы конические на 250 мл;
4. Соляная кислота, 0,1 н. раствор;
5. Метиловый оранжевый индикатор, 0,1% раствор;
6. Фенолфталеин, 0,5% раствор;
7. Едкий натр, 0,1% раствор фиксанал.

Методика выполнения работы

К 100мл исследуемой воды добавляют 3 капли метилового оранжевого и титруют 0,1 н. раствором кислоты до перехода окраски индикатора из желтой в золотисторозовую,

Общая щелочность в мг-экв/л равна расходу 0,1% раствора кислоты на титрование в мл.

Б. Определение компонентов общей щелочности воды (гидратной, гидрокарбонатной, карбонатной щелочности)

Гидрокарбонатная, карбонатная и гидратная щелочность определяется по общей щелочности воды, определенной с индикатором метиловым оранжевым (М) и щелочности, определенной с индикатором фенолфталеином(Ф).

Метод основан на том, что для вод с рН более 8,3 при титровании пробы исследуемой воды кислотой в присутствии индикатора фенолфталеина, дающего переход окраски от красного к бесцветному, протекают реакции между сильной кислотой, гидроксильными и карбонатными ионами, а в интервале рН от 8,3 до 4,4 - с гидрокарбонатными ионами.

Приборы и оборудование

1. Пипетки на 100 мл;
2. бюретки на 25 мл;
3. колбы конические на 250 мл;
4. Соляная кислота, 0,1 н. раствор;

5. Метилловый оранжевый индикатор, 0,1% раствор;
6. Фенолфталеин, 0,5% раствор;
7. Едкий натр, 0,1% раствор фиксанал.

Методика выполнения работы

К 100 мл исследуемой воды в конической колбе добавляют 5-10 капель раствора фенолфталеина и титруют 0,15% раствором кислоты до перехода окраски из красной в бесцветную.

Щелочность по фенолфталеину(Ф) в мг-экв/л равна расходу кислоты в мл пошедшей на титрование.

Формулы для расчета компонентов щелочности воды см. приложение 1 Табл.1

В. Определение общей жесткости воды

Общая жесткость определяется комплексометрическим методом. Метод основан на связывании ионов кальция и магния в комплексные соединения, сопровождающиеся изменением окраски индикатора.

Приборы и оборудование

1. Колбы конические на 250 мл;
2. Пипетки на 5 и 100мл;
3. Бюретки на 25 мл с краником;
4. Комплексон Ш 0,05 М раствор;
5. Аммиак+хлорид аммония, буферный раствор; рН=10;
6. Эриохромчерный Т, раствор индикатора;
7. Хлорид кальция, 0,025 М

Методика выполнения работы

К 100 мл воды приливается 5 мл буферного раствора. Мешающее влияние щелочности воды устраняется прибавлением эквивалентного количества 0,1 н. раствора соляной кислоты После тщательного перемешивания прибавляют около 5 капель раствора индикатора и перемешивают После перемешивания титруют 0,05 М раствора комплексона Ш с присутствии индикатора до перехода красной окраски в фиолетовую, Затем по каплям при тщательном перемешивании доводят титрование до синей окраски исследуемого раствора, Изменение окраски подтверждают прибавлением еще 1 капли титрованного раствора.

Общая жесткость определяется по формуле

$$X = a \cdot k \cdot 100 / V,$$

где a - количество израсходованного 0,05 М титрованного раствора комплексона Ш, мл;

k - поправка молярности раствора комплексона Ш;

V - количество взятой для титрования пробы в мл.

Г. Расчет карбонатной и некарбонатной жесткости воды

Для вычисления карбонатной жесткости J_k используют результат определения общей щелочности воды M .

$$J_k = M$$

Некарбонатная жесткость равна разнице между общей жесткостью и карбонатной жесткостью.

$$J_{нк} = J_o - J_k$$

5. Выводы

По результатам опытов дать характеристику качества воды на предмет ее использования на хоз-питьевые нужды и для промышленных целей и дать рекомендации по методу ее обработки.

Приложение 1.

Таблица 1.

Формулы для расчета гидратной, карбонатной и гидрокарбонатной щелочностей воды.

Соотношение между М и Ф	Вода содержит	Формула для расчета компонентов общей Щелочности воды		
		Гидрокарбонат ионы HCO_3^-	Карбонат ионы CO_3^{2-}	Гидроксильные ионы OH^-
$\Phi = 0$	Гидрокарбонаты.	М	0	0
$2\Phi < \text{M}$	Гидрокарбонаты	$\text{M} - 2\Phi$	2Φ	0
$2\Phi = \text{M}$	и карбонаты.	0	2Φ	0
$2\Phi > \text{M}$	Карбонаты	0	$2(\text{M} - \Phi)$	$2\Phi - \text{M}$
$\Phi = \text{M}$	Карбонаты и гидраты. Гидраты.	0	0	М

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ №4

Потенциометрическое определение рН различных проб воды

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1.Цели и задачи работы.

Ознакомление с методикой измерения рН приборными методами. Задачами работы является привитие студентам навыков в измерении рН воды.

2. Основы теории.

Молекула воды в водных растворах равновесно диссоциирует на ионы.



Ион H^+ называется ионом водорода или протоном; ион OH^- называется гидроксил ионом.

Значение рН описывает активность ионов водорода в водной среде в диапазоне от -1 до 15. Согласно этой шкале все жидкости можно охарактеризовать как кислые, щелочные или нейтральные: не кислый и не щелочной раствор — нейтральный, чему соответствует значение рН 7. Кислая среда означает большую активность ионов водорода и рН меньше 7. Щелочная среда соответствует малой активности ионов водорода и, соответственно, рН более 7.

3. Объекты и средства исследования.

Анализируется 5-7 проб водопроводной воды, отобранной в различных районах г.Тулы и Тульской области.

4. Подготовка к работе и программа работы.

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы.

Для определения величины рН используется потенциометрический метод с применением рН-метра-милливольтметра-150М.

4.1 Подключают прибор к сети и дают ему прогреться в течении 20-30 минут.

4.2. Настраивают прибор по 2-ум буферным растворам – в кислой и щелочной областях рН.

4.3. Перед началом измерения электроды промывают дистиллированной водой.

4.4. Погружают электроды в анализируемую, предварительно перемешанную пробу.

4.5. После погружения электродов одновременно измеряют температуру воды для внесения необходимых поправок.

4.6. Измеряют величину рН в анализируемой пробе.

5. Выводы.

По результатам определения необходимо провести сравнение полученных значений рН с нормативными.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К лабораторной работе №5

Определение жесткости образцов воды

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цель и задачи работы

Основной целью лабораторной работы является привитие навыков химического анализа воды путем определения щелочности природной воды, анализов широко применяемых в практике лабораторного контроля подготовки воды для питьевого и промышленного водоснабжения.

2. Основы теории

Важным показателем качества природных вод, который приходится учитывать при многих процессах ее обработки, является жесткость воды

В природной воде величина карбонатной жесткости практически равна щелочности воды из-за наличия в ней в основном гидрокарбонатных соединений.

3. Объекты и средства исследования

Объектом исследования является водопроводная вода, в которой необходимо определить жесткость.

4. Подготовка к работе и программа работ

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы.

А. Определение общей жесткости воды

Общая жесткость определяется комплексометрическим методом. Метод основан на связывании ионов кальция и магния в комплексные соединения, сопровождающиеся изменением окраски индикатора.

Приборы и оборудование

1. Колбы конические на 250 мл;
2. Пипетки на 5 и 100мл;
3. Бюретки на 25 мл с краником;
4. Комплексон Ш 0,05 М раствор;
5. Аммиак+хлорид аммония, буферный раствор; pH=10;
6. Эриохромчерный Т, раствор индикатора;
7. Хлорид кальция, 0,025 М

Методика выполнения работы

К 100 мл воды приливается 5 мл буферного раствора. Мешающее влияние щелочности воды устраняется прибавлением эквивалентного количества 0,1 н. раствора соляной кислоты. После тщательного перемешивания прибавляют около 5 капель раствора индикатора и перемешивают. После перемешивания титруют 0,05 М раствора комплексона Ш с присутствии индикатора до перехода красной окраски в фиолетовую, Затем по каплям при тщательном перемешивании доводят титрование до синей окраски исследуемого раствора, Изменение окраски подтверждают прибавлением еще 1 капли титрованного раствора.

Общая жесткость определяется по формуле

$$X = a \cdot k \cdot 100 / V,$$

где a - количество израсходованного 0,05 М титрованного раствора комплексона Ш, мл;

k - поправка молярности раствора комплексона Ш;

V - количество взятой для титрования пробы в мл.

Б. Расчет карбонатной и некарбонатной жесткости воды

Для вычисления карбонатной жесткости J_k используют результат определения общей щелочности воды M .

$$J_k = M$$

Некарбонатная жесткость равна разнице между общей жесткостью и карбонатной жесткостью.

$$J_{нк} = J_o - J_k$$

5. Выводы

По результатам опытов дать характеристику качества воды на предмет ее использования на хоз-питьевые нужды и для промышленных целей и дать рекомендации по методу ее обработки.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 6

Определение перманганатной окисляемости образцов питьевых вод.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Основной целью лабораторной работы является привитие навыков определения перманганатной окисляемости питьевых вод. Задачами работы является ознакомление с методикой анализа воды на перманганатную окисляемость.

2. Основы теории.

Метод основан на окислении веществ, присутствующих в воде, 0,01 н. раствором перманганата калия в сернокислой среде при кипячении. Без разбавления можно определить окисляемость 10 мг кислорода в 1 л.

Мешающее влияние хлоридов, если их концентрация превышает 300 мг/л, устраняют прибавлением 0,4 г сульфата ртути (II). Железо, сероводород, сульфиды, нитриты следует определить отдельно, а результат, пересчитанный на окисляемость, вычесть из найденной величины окисляемости воды: 1 мг сероводорода соответствует 0,47 мг атомарного кислорода; 1 мг нитритов соответствует 0,35 мг атомарного кислорода; 1 мг железа (II) соответствует 0,14 мг атомарного кислорода.

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования являются пробы водопроводной воды, взятые в различных местах г. Тулы и Тульской области.

4. Подготовка к работе и программа работы.

Аппаратура.

1. Плоскодонные колбы для кипячения вместимостью 250--300 мл, предназначенные только для определения окисляемости. Новые колбы обрабатывают перед употреблением так, как описано при определении поправки раствора перманганата.
2. Стеклянные шарики, капилляры или обожженная пемза.

Подготовка к работе (подготовка реактивов).

1. Вода дистиллированная (или бидистиллированная), не содержащая окислителей, применяется для приготовления реактивов и разбавления проб.
2. Серная кислота, разбавленный (1:3) раствор. Прибавляют при помешивании 1 объем серной кислоты пл. $1,84 \text{ г/см}^3$ к 3 объемам дистиллированной воды. По охлаждению раствора до 40°C к нему прибавляют 0,01 н. раствор перманганата калия до слабо-розовой окраски.
3. Серная кислота, разбавленный (1 : 15) раствор.
4. Щавелевая кислота, 0,01 н. раствор. Готовят из фиксанала или растворяют 0,6303 г щавелевой кислоты в разбавленной (1 : 15) серной кислоте и доводят до 1 л этой кислотой. 1 мл раствора соответствует 0,08 мг кислорода.
5. Перманганат калия 0,1 н и 0,01 н растворы. а) Основной раствор, 0,1 н. готовят из фиксанала или растворяют 3,2 г перманганата калия в 1 л дистиллированной воды. Хранят в темной склянке, изредка перемешивая. Используют через 2--3 недели после приготовления. б) Рабочий раствор, 0,01 н. Готовят путем разведения основного раствора. Хранят в склянке темного стекла. Через несколько дней устанавливают титр раствора. Для этого в коническую колбу наливают 100 мл дистиллированной воды, прибавляют 10 мл 0,01 н. щавелевой кислоты и 5 мл серной кислоты (1:3). Можно использовать оттитрованную пробу после определения окисляемости, в этом случае кислоту не прибавляют. Смесь нагревают до кипения и, слегка охладив (до $80\text{--}90^\circ\text{C}$), титруют 0,01 н. раствором перманганата калия до слабо-розовой окраски. Если поправка раствора отличается от 1,00 больше чем на $\pm 0,05$, то раствор соответственно разбавляют или концентрируют. Нормальность раствора перманганата калия определяют в день определения окисляемости.

Ход определения.

В колбу помешают 100 мл исследуемой воды (или разбавленной до 100 мл), несколько капилляров, стеклянных шариков или кусочков пемзы, приливают 5 мл разбавленной серной кислоты (1:3) и 10 мл 0,01 н. раствора перманганата калия. Смесь нагревают так, чтобы она закипела

через 5 мин и кипятят точно 10 мин. К горячему раствору прибавляют 10 мл 0,01 н. раствора щавелевой кислоты. Обесцвеченную смесь титруют горячей (80--90°C) 0,01 н. раствором перманганата калия до слабо-розового окрашивания.

Если в процессе кипячения содержимое колбы потеряет розовую окраску или побуреет, то определение надо повторить, разбавив исследуемую воду. Определение также повторяют, если при обратном титровании щавелевой кислоты израсходовано более 7 мл или менее 2 мл 0,01 н. раствора перманганата калия.

Одновременно проводят холостой опыт со 100 мл дистиллированной воды и обрабатывают ее так же, как и анализируемую воду. Расход раствора перманганата калия не должен превышать 0,3 мл.

Величину перманганатной окисляемости (мг О/л) рассчитывают по формулу:

где A -- объем 0,01 н. раствора перманганата калия, израсходованного на титрование пробы (мл); B -- объем 0,01 н. раствора перманганата калия, израсходована на титрование холостой пробы (мл); K - поправочный коэффициент к нормальности раствора перманганата калия; V -- объем пробы, взятой для анализа (мл); 8 - эквивалент кислорода.

Если поправка к титру раствора перманганата калия имеет значение от 0,995 до 1,005, то при вычислении результатов ее можно не учитывать.

5. Выводы.

Результаты, полученные при выполнении лабораторной работы, сравниваются с нормативными требованиями к питьевой воде.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 7

Определение содержания в воде растворенного кислорода.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цель и задачи работы

Освоить методику определения содержания кислорода в воде.

2. Основы теории

Концентрация кислорода определяет величину окислительно-восстановительного потенциала и в значительной мере направление и скорость процессов химического и биохимического окисления органических и неорганических соединений.

Кислородный режим оказывает глубокое влияние на жизнь водоема. Минимальное содержание растворенного кислорода, обеспечивающее нормальное развитие рыб, составляет около 5 мг O₂/л. Понижение его до 2 мг/л вызывает массовую гибель рыб. Неблагоприятно сказывается на их состоянии и пересыщение воды кислородом. ПДК растворенного кислорода для водных объектов рыбохозяйственного назначения составляет в зимний период 4 мг/дм³, в летний – 6 мг/дм³.

3. Объекты и средства исследования

Объектом исследования является водопроводная вода.

Приборы и оборудование:

1. пипетки на 100, на 10 и на 5 мл;
2. колбы кислородные на 250 мл;

3. конические колбы на 250 мл
4. раствор хлористого марганца
5. щелочной раствор йодистого калия;
6. раствор тиосульфата 0,02н;
7. свежеприготовленный раствор крахмала;
8. соляная кислота, 0,1 н. раствор;

Определения производятся в лаборатории очистки воды.

4. Подготовка к работе и программа работ

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы по 10-12 человек. Продолжительность лабораторной работы 2 часа.

Кислородную склянку 2—3 раза ополаскивают и затем наполняют исследуемой водой. После заполнения склянки до горлышка ее наполнение продолжают до тех пор, пока не выльется приблизительно 100 мл воды, т. е. пока не вытеснится вода, соприкасавшаяся с воздухом, находящимся в склянке. Склянка должна быть заполнена пробой до краев и не иметь внутри на стенках пузырьков воздуха.

Затем в склянку с пробой воды вводят 1 мл раствора хлористого марганца и 1 мл щелочного раствора йодистого калия. При этом необходимо пользоваться отдельными пипетками. Пипетку погружают каждый раз до половины склянки и по мере выливания раствора поднимают вверх. Затем быстро закрывают склянку стеклянной пробкой таким образом, чтобы в ней не оставалось пузырьков воздуха, и содержимое склянки тщательно перемешивают.

Образовавшемуся осадку гидроксида марганца дают отстояться не менее 10 мин и не более суток. Затем приливают 5 мл раствора НС1. Пипетку погружают до осадка и медленно поднимают вверх. Вытеснение из склянки раствором соляной кислоты части прозрачной жидкости для анализа значения не имеет.

Склянку закрывают пробкой и содержимое тщательно перемешивают. Отбирают пипеткой 50 мл раствора (пипетку предварительно необходимо ополоснуть этим раствором) и переносят его в коническую колбу объемом 250 мл. Раствор титруют 0,02 н. раствором тиосульфата до тех пор, пока он не станет светло-желтым. Затем прибавляют 1 мл свежеприготовленного раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

Расчет. Массовую концентрацию растворённого в воде кислорода находят по формуле:

$$C_x = \frac{M \cdot C_m \cdot V_m \cdot V \cdot 1000}{V_2 \cdot (V - V_1)},$$

где

C_x - массовая концентрация растворенного кислорода в анализируемой пробе воды, мг/дм³;

C_m - молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³ КВЭ;

V_m - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³;

V - объем кислородной склянки, см³ (или 100 см³);

V_1 - суммарный объем растворов хлорида марганца и иодида калия, добавленных в склянку при фиксации растворенного кислорода, см³;

M - масса миллимоля КВЭ кислорода, равная 8 мг/ммоль;

V_2 – объем аликвоты пробы, титруемой тиосульфатом, см³.

5. Выводы

Полученные результаты сравниваются с нормативными значениями содержания растворенного кислорода в воде. (Например питьевой воде.)

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 8

Определение содержания в воде остаточного хлора.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

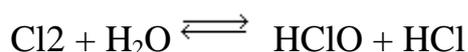
1. Цели и задачи.

Ознакомление с методикой определения остаточного хлора в воде.

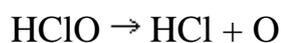
2. Основы теории.

Хлорирование - наиболее распространенный метод обеззараживания воды. На практике для этого используют свободный хлор, соли натрия и кальция хлорноватистой кислоты NaClO , $\text{Ca}(\text{ClO})_2$, двуокись хлора ClO_2 .

Газообразный хлор, растворяясь в воде, взаимодействует с ней:

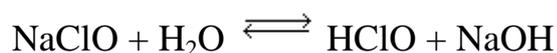


Хлорноватистая кислота HClO легко разлагается, образуя свободный кислород:



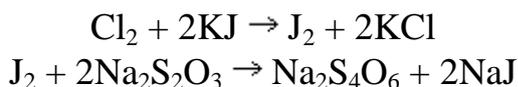
Обеззараживающими агентами являются хлор, хлорноватистая кислота и кислород, выделяющийся при разложении. Их бактерицидное действие сводится к окислению и хлорированию составных частей цитоплазмы бактериальных клеток.

Обеззараживающее действие NaClO , $\text{Ca}(\text{ClO})_2$ основано на их гидролизе, в результате которого образуется неустойчивая кислота HClO



Дозу обеззараживающего реагента выбирают таким образом, чтобы после окисления всех примесей в воде оставалось некое избыточное количество хлора, так называемый остаточный хлор. Согласно ГОСТ 2874-54, после 30-минутного контакта хлора с водой остаточного хлора должно быть не более 0,5 мг/л и не менее 0,3 мг/л при выходе с очистных сооружений, не менее 0,1 мг/л в наиболее отдаленных точках водозабора.

Остаточный хлор в воде определяют методом иодометрии. Определение основано на взаимодействии остаточного хлора с иодидом калия. Выделяющийся иод оттитровывают рабочим раствором тиосульфата натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ в присутствии индикатора - крахмала.



3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования является водопроводная вода.

Приборы и оборудование:

1. пипетки на 100, на 10 и на 5 мл;
2. колбы кислородные на 250 мл;
3. конические колбы на 250 мл
4. 10%-й раствор йодистого калия;
5. ацетатная буферная смесь 0.005Н;
6. свежеприготовленный раствор крахмала;

4. Подготовка к работе и программа работы.

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы по 10-12 человек. Продолжительность лабораторной работы 2 часа.

В коническую колбу на 250 мл отмерить пипеткой 100 мл водопроводной воды, прибавить 5 мл 10%-ного раствора КJ, 5 мл ацетатной буферной смеси и 1 мл раствора крахмала. Оттитровать пробу 0.005Н раствором $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, до исчезновения синей окраски раствора.

Расчет производится по формуле:

$$X = \frac{V_1 \cdot N_1 \cdot \mathcal{E} \cdot 1000}{V_2}$$

где X - содержание остаточного хлора, мг/л;

V₁ - объем рабочего раствора Na₂S₂O₃ на титрование пробы воды, мл;

N₁ - нормальность рабочего раствора Na₂S₂O₃ г-экв/л;

Э - эквивалент хлора /35, 45/;

V₂ - объем исследуемой воды, мл.

5. Выводы.

Результаты определения сравниваются с нормативным содержанием остаточного хлора в питьевой воде.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 9
**Фотоэлектроколориметрическое определение содержания в
воде ионов железа.**

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Ознакомление с алгоритмом построения фотометрической методики с использованием метода калибровочного графика.

2. Основы теории.

Метод калибровочного графика используется при многократных серийных определениях. Для получения серии эталонных растворов с возрастающей концентрацией используют метод разбавления исходного первичного эталонного раствора, приготовленного из чистых металлов, солей, стандартных образцов.

Основные этапы работы включают:

- выбор условий фотометрирования - светофильтра и толщины поглощающего слоя;
- построение калибровочного графика на основе результатов фотометрирования серии эталонных растворов;
- определение содержания элемента в исследуемом растворе по построенному графику.

Для измерения оптической плотности растворов используется фотоколориметр ФЭК-56.

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования является водопроводная вода.

Приборы и оборудование:

1. пипетки на 100, на 10 и на 5 мл;
2. 3 колбы мерные на 100 мл;
3. раствор азотной кислоты;
4. раствор роданида калия;
5. ацетатная буферная смесь 0.005Н;
6. раствор железоммонийных квасцов

4. Подготовка к работе и программа работы.

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы по 10-12 человек. Продолжительность лабораторной работы 2 часа.

Включить фотоколориметр для прогрева в течение 15 минут. За это время ознакомиться с правилами работы на приборе и приготовить растворы для последующего выполнения первого этапа работы - выбора светофильтра.

1. Выбор светофильтра

Максимальное изменение оптической плотности на единицу концентрации наблюдается при длине волны, соответствующей максимальному значению коэффициента поглощения. Определить требуемую область длин волн можно из справочной литературы или экспериментально, измерив значения оптической плотности поглощающего раствора при разных длинах волн. При работе с фотоколориметром для выделения нужных областей спектра используют светофильтры. Максимум пропускания светофильтра совпадает с максимумом поглощения определяемого вещества. Поэтому наиболее подходящим для фотометрирования считается тот светофильтр, при использовании которого получено максимальное значение величины оптической плотности анализируемого раствора.

Для приготовления эталонного раствора 1 в мерную колбу вместимостью 100 мл поместить 10 мл исходного эталонного раствора железоммонийных квасцов с титром по железу, равным 0.006968 г/мл. Добавить к раствору 10 мл азотной кислоты с концентрацией 4 моль/л и 10 мл раствора роданида калия с концентрацией $C(\text{KSCN}) = 6$ моль/л.

Довести содержимое колбы до метки дистиллированной водой и тщательно перемешать. Раствор сравнения следует готовить в такой же мерной колбе, вводя реактивы в той же последовательности, за исключением исходного эталонного раствора железоммонийных квасцов.

Измерить оптическую плотность эталонного раствора 1 по отношению к раствору сравнения последовательно при всех светофильтрах, используя кюветы с рабочей длиной 10 мм.

На основе анализа полученных данных следует выбрать светофильтр и приступить к построению калибровочного графика.

2. Построение калибровочного графика

В три пронумерованных мерных колбы вместимостью 100 мл отмерить 10, 20 и 30 мл исходного стандартного раствора железоммонийных квасцов. Порядок приготовления эталонных растворов тот же, что и при выборе светофильтра. Раствор сравнения и кюветы те же. Обратите внимание, что фотометрирование необходимо проводить сразу же после приготовления раствора, поскольку комплекс быстро разрушается. Поэтому растворы готовятся последовательно, только после окончания фотометрирования предыдущего раствора. Каждый раствор готовится и фотометрируется трижды. Мерные колбы необходимо очень тщательно мыть перед приготовлением каждого последующего раствора. Кюветы с анализируемым раствором перед заполнением несколько раз ополаскивать этим раствором.

Кювета с раствором сравнения используется одна и та же на протяжении всей работы. Измерение оптической плотности производится со светофильтром, выбранным в первой части работы.

По полученным данным построить калибровочный график в координатах $A_{\text{эт}} - V_{\text{эт}}$. Масштаб графика должен соответствовать точности измерений.

3. Определение содержания железа в анализируемом растворе

В мерную колбу вместимостью 100 мл получить у преподавателя исследуемый раствор, добавить в него 10 мл азотной кислоты с концентрацией $C(\text{HNO}_3) = 4$ моль/л _____, 10 мл раствора роданида калия, довести до метки дистиллированной водой, тщательно перемешать и измерить оптическую плотность раствора, используя тот же раствор сравнения и те же кюветы, что и при построении калибровочного графика.

Расчет содержания железа. Содержание железа в анализируемом растворе определяется по формуле

$$m(\text{Fe}) = T(\text{Fe}) \oplus V,$$

где $m(\text{Fe})$ - содержание железа в анализируемом растворе; $T(\text{Fe})$ - титр исходного стандартного раствора железоммонийных квасцов; V – объем стандартного раствора, найденный по калибровочному графику в соответствии с измеренной величиной оптической плотности A_x .

5. Выводы.

Результаты определения сравниваются с нормативным содержанием железа в питьевой воде.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К

ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 10

Фотоэлектроколориметрическое определение содержания в воде различных форм азота.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Основной целью лабораторной работы является определение количества нитратного азота в воде.

2. Основы теории.

Цель работы: Определить количество нитратного азота в растительных образце. Принцип метода: в основу метода положено явление возникновения электрического заряда строго определенной величины практически всех ионов, растворенных в воде или слабых растворах нейтральных солей ЭДС раствора, обусловленная нитратами, селективно измеряется нитратным электродом. Конструктивно и технологически этот электрод выполнен так, что способен регистрировать лишь электрические заряды нитрат-ионов. Между ЭДС, измеренной электродом и концентрацией нитратов, в растворе существует строгая зависимость. Вданном случае нитраты определяют потенциометрически с с помощью ионоселективного нитратного электрода в пробе воды.

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования являются пробы водопроводной воды. При определении нитратов в пробе воды пользуются ионоселективным электродом в качестве вспомогательного электрода применяют хлорсеребряный электрод.

4. Подготовка к работе и программа работы.

Определение ведут на ионометре ЭВ- 74

5. Выводы.

Содержание нитратного азота в анализируемых пробах сравнивают с нормативным.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 11

Кондуктометрическое определение степени минерализации воды.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Ознакомление с кондуктометрическим методом для определения содержания в воде сильных и слабых кислот и оснований.

2. Основы теории.

Кондуктометрия основана на измерении электрической проводимости раствора. Если в раствор вещества поместить два электрода и подать на электроды разность потенциалов, то через раствор потечет электрический ток. Как и каждый проводник электричества, растворы характеризуются сопротивлением R и обратной ему величиной – электрической проводимостью L :

$$R = \rho \frac{l}{S} \qquad L = \frac{1}{R}$$

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования являются образцы питьевой воды, взятые из разных районов г. Тулы и Тульской области.

4. Подготовка к работе и программа работы.

Кондуктометрический анализ проводят с помощью кондуктометров – приборов, измеряющих сопротивление растворов. По величине сопротивления R определяют обратную ему по величине электрическую проводимость растворов L .

Чаще применяют *кондуктометрическое титрование*. При этом в ячейку с электродами помещают анализируемый раствор, ячейку помещают на магнитную мешалку и титруют соответствующим титрантом. Титрант добавляют равными порциями. После добавления каждой порции титранта измеряют электр.проводимость раствора и строят график зависимости между

электр.проводимостью и объемом титранта. При добавлении титранта происходит изменение электр.проводимости раствора в т.э. наступает перегиб кривой титрования.

5. Выводы.

Результаты степени минерализации воды сравниваются с нормативными.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 12
Определение содержания сульфатов в воде.**

Содержание

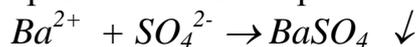
1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цель и задачи работы.

Ознакомление и овладение основными принципами и приемами гравиметрического метода определения содержания сульфатов в питьевой воде.

2. Основы теории.

Содержание в питьевой воде повышенного количества сульфатов может оказать слабительное действие и изменить вкус воды. Качественное и количественное (мг/л) определение SO_4^{2-} -ионов основано на учете степени помутнения воды от сульфата бария, образовавшегося при взаимодействии сульфат-иона с хлоридом бария:



Слабая муть, появляющаяся через несколько минут.....1.0 -10

Слабая муть, появляющаяся сразу.....10 - 100

Сильная муть.....100 - 500

Большой осадок, быстро оседающий на дно.....Более 500,

В насыщенном растворе малорастворимого электролита устанавливается равновесие между веществом в осадке и ионами его в растворе: $BaSO_4 \Leftrightarrow Ba^{2+} + SO_4^{2-}$

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования является водопроводная вода.

Приборы и оборудование:

1. пипетки на 100, на 10 и на 5 мл;
2. колбы мерные на 150 мл;
3. раствор хлорида бария;
4. беззольные фильтры

5. индикатор метиловый оранжевый;
6. раствор соляной кислоты;
7. раствор AgNO_3 ;
8. электроплитка;
9. эксикатор;
10. муфельная печь;
11. тигли.

4. Подготовка к работе и программа работы.

Перед выполнением лабораторной работы студенты разбиваются на две подгруппы по 10-12 человек. Продолжительность лабораторной работы 2 часа.

Качественная проба. В пробирку наливают 3 мл исследуемой воды, добавляют 0.5 мл соляной кислоты и 2 мл раствора хлорида бария. Образование осадка BaSO_4 свидетельствует о присутствии в воде ионов SO_4^{2-} .

Количественное определение. Пробу исследуемой питьевой воды объемом 100 мл фильтруют в колбу вместимостью 150 cm^3 , в фильтрат добавляют 2-3 капли раствора метилового оранжевого и соляной кислоты до розовой окраски раствора. Смесь нагревают до кипения и выпаривают примерно наполовину на электроплитке. Дают отстояться раствору. При наличии мути или хлопьев фильтруют через беззольный фильтр. Фильтр промывают дистиллированной водой, фильтрат вместе с промывными водами вновь выпаривают наполовину. В кипящий раствор при помешивании приливают 10 мл горячего раствора хлорида бария. Раствор с осадком нагревают на водяной бане до осветления, проверяют полноту осаждения, прибавляя к прозрачному раствору 1-2 капли хлорида бария. Отсутствие мути указывает на полноту осаждения. Колбу накрывают часовым стеклом и нагревают на водяной бане в течение 20 минут, далее снимают и оставляют при комнатной температуре до охлаждения раствора. Раствор фильтруют через плотный беззольный фильтр. Осадок BaSO_4 несколько раз декантируют дистиллированной водой, отфильтровывая воду через беззольный фильтр. Осадок фильтруют через этот же фильтр, промывают горячей дистиллированной водой до тех пор, пока в фильтрате при добавлении раствора AgNO_3 не будет появляться лишь небольшая муть. Фильтр с осадком аккуратно складывают в предварительно взвешенный тигель и помещают в муфельную печь. Прокаливают при доступе воздуха. Охлаждают в эксикаторе, взвешивают и определяют содержание сульфатов в исследуемом образце питьевой воды.

Обработка результатов:

Содержание сульфатов (X), мг/л, вычисляют по формуле

$$X = \frac{(a-b) \times 0.4115 \times 1000}{V},$$

где a - масса тигеля с осадком, мг;

b - масса тигеля, мг;

0.4115 - коэффициент для пересчета $BaSO_4$ на SO_4^{2-} ;

V - объем воды, взятой для определения, мл.

5. Выводы.

Результаты определения сравниваются с нормативным содержанием сульфатов в питьевой воде.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 13
Определение содержания сульфидов в воде.**

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования
4. Подготовка к работе и программа работы
5. Выводы.

1. Цели и задачи.

Ознакомление с методами определения сероводорода в виде растворенных в воде сульфидов.

2. Основы теории.

Сероводород в виде сульфидов встречается в водах, содержащих белковые вещества, в которых они являются продуктом их разложения. Сульфиды определяют методом осаждения солями цинка и кадмия в виде ZnS и CdS . К раствору прибавляют глицерин в таком количестве, чтобы его содержание составило 5 %. Образующийся осадок сульфида отфильтровывают и промывают. В этом осадке определяют сульфид и йодометрическим методом.

3. Объекты и средства исследования.

Объектом исследования являются пробы воды, взятые в различных районах г. Тула и Тульской области.

Приборы и оборудование:

1. Конические колбы, 250 мл
2. Пипетки, 10-20 мл
3. Мерные цилиндры
4. Мерные колбы, 200мл
5. Фильтры бумажные
6. Йод-0,01Н
7. Карбонат цинка или кадмия – суспензия
8. Глицерин
9. Соляная кислота разбавленная 1:3
10. Тиосульфат натрия 0,01Н

11. Крахмал – 0,5% раствор

4. Подготовка к работе и программа работы.

В коническую колбу емкостью 250 мл наливают 50-100 мл анализируемой воды, прибавляют 10 мл глицерина и разбавляют смесь примерно до 150 мл дистиллированной водой. Затем прибавляют 20 мл карбоната цинка или карбоната кадмия. Перемешивают и фильтруют, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 200мл. Осадок переносят на фильтр и промывают его горячей водой. Фильтрат в мерной колбе осаждают, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Фильтр с осадком помещают в коническую колбу вместимостью 250 мл, прибавляют 25-50мл раствора йода и подкисляют жидкость 5 мл хлористоводородной кислоты. Фильтр измельчают стеклянной палочкой и затем оттитровывают избыток йода раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала.

5. Выводы.

Сравнивают результаты определения с нормативными требованиями.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 14

Способы выражения содержания растворенного вещества в растворе.

Содержание

1. Цель и задачи работы.
2. Основы теории.
3. Объекты и средства исследования.
4. Подготовка к работе и программа работы.
5. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Лабораторная работа посвящена изучению способов выражения концентрации растворенного вещества в растворе

2. Основы теории.

Растворами называют однофазные системы, состоящие из двух или более компонентов. Растворы могут быть твердыми, жидкими и газообразными. Примером твердого раствора являются сплавы металлов, газообразного – воздух. Жидкие растворы, в свою очередь, делятся на водные и неводные.

В растворе различают растворитель и растворенные вещества. Условились растворителем называть тот компонент, которого больше всего в растворе. Так, в водных растворах, это, естественно, вода, в неводных – спирт, эфир, ацетон, бензол и другие органические жидкости.

Для характеристики состава раствора используются следующие способы выражения концентраций:

- 1) **Массовая доля** (w) – это доля, которую составляет масса растворенного вещества (m_b) от массы раствора
- 2) **Массовая доля в процентах** ($w, \%$) – это выраженная в процентах доля, которую составляет масса растворенного вещества от массы раствора :
- 3) **Молярная концентрация** (C_m) – характеризует количество растворенного вещества (n_b) в одном литре раствора.
- 4) **Нормальная концентрация** (C_n или N) – характеризует количество вещества эквивалента (n_3), содержащегося в 1 литре раствора:

5) **Моляльная концентрация** (C_m) – характеризует количество растворенного вещества(n_v), содержащегося в 1000 г растворителя($m_{р-ля}$) :

6) **Титр** (Т) – характеризует массу вещества, содержащуюся в 1 мл раствора:

7) **Мольная доля** (X) – характеризует долю, которая составляет количество веществ всех компонентов раствора. Мольная доля – величина безразмерная.

3. Выводы.

Назвать основные способы выражения концентрации растворов.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 15

Общий контроль анализа воды по эквивалентному содержанию ионов.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Объекты и средства исследования.
4. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Изучить принцип контроля анализа воды по эквивалентному содержанию ионов. Дать методику расчета эквивалентных концентраций ионов в воде.

2. Основы теории.

Вода электронейтральна, поэтому суммы концентраций катионов и анионов выраженные в мг·экв/л, равны. Для проверки солевого состава природной воды результаты анализа пересчитывают в миллиграмм-эквиваленты на литр. В этом случае сумма концентраций растворенных в воде катионов должна равняться сумме концентраций растворенных в воде анионов:

$$\frac{Ca^{2+}}{20.04} + \frac{Mg^{2+}}{12.16} + \frac{Na^+}{23.0} + \frac{K^+}{39.0} + \dots = \frac{SO_4^{2-}}{48.03} + \frac{Cl^-}{35.46} + \frac{HCO_3^-}{61.03} + \frac{SiO_3^{2-}}{38.03} + \dots$$

В этом балансовом уравнении необходимо учитывать содержание всех ионов, концентрация которых превышает 0,01 мг·экв/л. Хорошо выполненным считается анализ при расхождении между суммами в правой и левой частях уравнения $\pm 1\%$; вполне допустимым – при расхождении $\pm 2-3\%$ (при малой минерализации). При погрешности, превышающей 5%, а при значительной минерализации – 3%, анализ следует считать неточным. Погрешность анализа рассчитывается по формуле:

$$\chi = \frac{\Sigma_a - \Sigma_k}{\Sigma_a + \Sigma_k} \cdot 100 \quad ,$$

где Σ_a – сумма эквивалентных концентраций анионов;

Σ_k – сумма эквивалентных концентраций катионов.

3. Объекты и средства исследования.

Данные химического анализа природной и водопроводной воды.

4. Выводы.

Рассчитывается погрешность анализа и оценивается его качество.

**МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К
ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 16
Общий контроль анализа воды по сухому остатку.**

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Изучить понятие «сухой остаток» примесей воды. Дать методику аналитического определения сухого остатка.

2. Основы теории

Величину сухого остатка можно 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 и магния, а также определяемых расчетным методом натрия и калия).

3. Выводы.

На основании приведенных аналитических и расчетных определений оценить качество воды и сравнить его с нормативным.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ К

ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЕ № 17

Частичный контроль анализа воды по результатам отдельных определений.

Содержание

1. Цель и задачи работы
2. Основы теории
3. Выводы.

1. Цели и задачи работы.

Научить проводить контроль анализов воды по результатам отдельных определений. Привить навыки проведения частичного контроля анализа воды.

2. Основы теории.

Основным методом анализов служит взаимная увязка полученных результатов. Оценим правильность выполнения анализа воды по результатам следующих отдельных определений.

Концентрация, мг/л:

Ca²⁺.....35,8

Mg²⁺.....24,8

HCO₃⁻.....73,2

Общая жесткость, мг·экв/л 3,8

Карбонатная жесткость мг·экв/л 1,2

Общая жесткость, определенная аналитически, должна быть равна жесткости, вычисленной по результатам анализа воды на содержание кальция и магния.

Выразим концентрации катионов жесткости, мг·экв/л , и найдем их сумму:

$$35,8 : 20,04 + 24,8 : 12,16 = 1,78 + 2,04 = 3,82 \text{ мг·экв/л}$$

Что соответствует жесткости, определенной анализом. Разница в 0,02 мг·экв/л является допустимой ошибкой при анализе.

Результат определения карбонатной жесткости может быть проверен следующим образом. Сумма концентраций кальция и магния равна 3,82 мг·экв/л . Концентрация ионов HCO₃⁻ составляет $73,2 : 61,018 = 1,2$ мг·экв/л . Следовательно $[Ca^{2+}] + [Mg^{2+}] > [HCO_3^{-}]$ / При этом условии

карбонатная жесткость равна концентрации бикарбонатных ионов, т.е. 1,2 мг·экв/л , что полностью подтверждается результатом анализа.

3. Объекты и средства исследования.

Результаты химического анализа.

4. Выводы.

Оценивается качество представленных анализов.

Литература

1. Воробьев, А.Ф. Общая и неорганическая химия : учебник для вузов: в 2 т. Т.1. Теоретические основы химии / А.Ф.Воробьев [и др.]; под ред. А.Ф.Воробьева .— М. : Академкнига, 2004 .— 371с. : ил. — (Учебник для вузов) .— ISBN 5-94628-129-1 /в пер./ : 320.00
2. Воробьев, А.Ф. Общая и неорганическая химия : учебник для вузов: в 2 т. Т.2. Химические свойства неорганических веществ / А.Ф.Воробьев [и др.]; под ред. А.Ф.Воробьева .— М. : Академкнига, 2007 .— 544с. : ил. — Библиогр. в конце кн. — ISBN 5-94628-256-5 /в пер./ : 419.99
3. Ивчатов, А.Л. Химия воды и микробиология : учебник для сред. спец. учеб. заведений / А.Л.Ивчатов, В.И.Малов .— М. : ИНФРА-М, 2006 .— 218с. : ил. — (Среднее проф. образование) .— Библиогр. в конце кн. — ISBN 5-16-002421-2 /в пер./ : 64.24