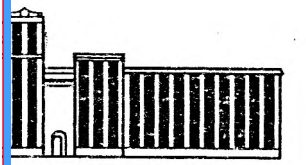
Вернуться в каталог книг по экологии
ekologiya.htm

УЧЕБНИКИ, ДИПЛОМЫ, ДИССЕРТАЦИИ -
полные тексты
На сайте электронной библиотеки
www.учебники.информ2000.рф

НАПИСАНИЕ на ЗАКАЗ:
1. Диссертации и научные работы
2. Дипломы, курсовые, рефераты, чертежи...
3. Школьные задания
Онлайн-консультации
ЛЮБАЯ тематика, в том числе ТЕХНИКА
Приглашаем авторов

ССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ



ЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

502(07)
К845

Т.Г. Крупнова, А.М. Кострюкова

ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Учебное пособие по лабораторным работам

Челябинск
2011

https://правоинформ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Министерство образования и науки Российской Федерации
Южно-Уральский государственный университет
Кафедра «Экология и природопользование»

502(07)
К845

Т.Г. Крупнова, А.М. Кострюкова

ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Учебное пособие по лабораторным работам

Челябинск
Издательский центр ЮУрГУ
2011

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

УДК 502.56(076.5)
К845

Одобрено
учебно-методической комиссией химического факультета

Рецензенты: проф., д.с.-х.н. Зыбалов В.С., к.х.н. Казанцева Е.Л.

Крупнова, Т.Г.
К845 Химия окружающей среды: учебное пособие по лабораторным работам / Т.Г. Крупнова, А.М. Кострюкова. – Челябинск: Издательский центр ЮУрГУ, 2011. – 59 с.

Пособие предназначено для самостоятельной подготовки к выполнению лабораторных работ и оформлению отчетов по ним. В нем даны прописи ряда аналитических определений, относящихся к химическому и физико-химическому анализу объектов окружающей среды. Содержит теоретические предпосылки, необходимые для выполнения анализа, дающие объяснения сущности химических и физико-химических процессов, происходящих в ходе работы, пояснения для правильной оценки результатов аналитических исследований. Дан библиографический список учебной литературы.

Пособие ориентировано, прежде всего, на студентов, обучающихся по специальностям 020802 «Природопользование», 280201 «Защита окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов», а также на бакалавров направлений 020800 «Экология и природопользование» и 2802006 «Защита окружающей среды».

УДК 502.56(076.5)

© Издательский центр ЮУрГУ, 2011

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

ВВЕДЕНИЕ

Настоящее учебное пособие предназначено для подготовки к выполнению лабораторных работ по курсу «Химия окружающей среды» студентов обучающихся по специальностям 020802 «Природопользование», 280201 «Защита окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов», а также для бакалавров направлений 020800 «Экология и природопользование» и 280200 «Защита окружающей среды». Также может быть использовано студентами других специальностей, в учебной программе которых предусмотрен данный курс.

Лабораторные работы позволяют ознакомить студентов с техникой работы с химической посудой и оборудованием, записью и обработкой результатов химического анализа, а также с основами титриметрического и фотометрического методов анализа. Каждая работа состоит из теоретической и практической частей. В первой части рассмотрены теоретические предпосылки, необходимые для выполнения экспериментальных исследований, дающие объяснения сущности физико-химических процессов, происходящих в ходе работы. В практической части дается цель работы, необходимые реактивы и оборудование, описание и порядок проведения работы, требования к оформлению отчетов. Для проверки усвоения изложенного материала в конце каждой работы приведены задачи для самостоятельного решения и вопросы для контроля.

При обучении по специальностям 020802 «Природопользование», 280201 «Защита окружающей среды и рациональное использование природных ресурсов», а также по направлениям бакалавров 020800 «Экология и природопользование» и 280200 «Защита окружающей среды» студенты на лекциях знакомятся только с основами анализа объектов окружающей среды. Значительную часть учебного материала они прорабатывают самостоятельно. Поэтому основные цели лабораторных работ по химии окружающей среды – привить студентам навыки самостоятельной экспериментальной работы и помочь при самостоятельном изучении теоретического материала.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

1. ТЕХНИКА ВЫПОЛНЕНИЯ КОЛИЧЕСТВЕННОГО АНАЛИЗА. ЗАПИСЬ И ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

1.1. Работа с аналитическими весами

Аналитические весы представляют собой очень точный измерительный прибор, без которого нельзя провести ни одного анализа химическим методом. Все части аналитических весов можно разделить на два типа: рабочие и вспомогательные.

Главной рабочей частью всяких рычажных весов, в том числе и аналитических, является ***коромысло***. Наиболее ответственными частями коромысла являются призмы, играющие роль точек опоры и точек приложения сил. Оси всех призм должны быть строго параллельны между собой и перпендикулярны плоскости коромысла. Для подвижного сочленения коромысла с другими частями весов служат ***подушки***. На особой вынесенной вперед рейке коромысла находится шкала ***рейтера***. Она служит для определения третьего и четвертого десятичного знака результата взвешивания. Шкала рейтера может быть заменена ***лимбами*** (подвижными шкалами). Уравновешивание коромысла, или, другими словами, перемещение его центра тяжести, проводят с помощью ***балансирных гаек***. Коромысло весов сочленяется с помощью ***сережек*** с ***чашками***. Чашки аналитических весов представляют собой круглые, очень немного вогнутые пластинки с отогнутыми вниз краями. С чашек такой формы легко удалять мягкой кисточкой случайные соринки.

Главной из вспомогательных частей аналитических весов нужно считать ***арретир***. Назначение этого приспособления – разъединять призмы и подушки по окончании взвешивания. Если весы не арретировать, то острые ребра призм от постоянного упора на подушки быстро иступятся и весы потеряют чувствительность.

Набор гирек, служащий для взвешивания на аналитических весах, называется ***аналитическим разновесом***. В аналитическом разновесе имеются следующие гирьки: 100, 50, 20, 10, 10, 5, 2, 2 и 1 г. Таким образом, общий вес гирек не превышает предельной нагрузки весов – 200 г. Эти гирьки представляют собой латунные, золоченные, платинированные или никелированные цилиндрики с головками. Аналитический разновес размещается в футляре, там же находится пинцет, с помощью которого гирьки ставят на весы и снимают с весов. Трогать гирьки руками нельзя, так как при этом можно загрязнить гирьки, что вызовет изменение их веса. Каждая гирька имеет свое определенное место в футляре, путать расположение гирек не следует.

Нагрузка на чашках весов не должна превышать наибольшей для аналитических весов – 200 г. Взвешиваемое вещество не кладут непосредственно на чашку весов, а пользуются часовым стеклом, бюксом или другой посудой. Реактивы помещают в посуду с помощью шпателя.

Перед каждым взвешивание необходимо смахнуть мягкой кисточкой пыль с чашек и установить нулевую точку весов, затем закрыть дверцы шкафа весов. По-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

сле этого следует включить весы в электрическую сеть и плавно повернуть арретир до отказа. При этом высвечивается шкала. Если весы не нагружены, то нуль шкалы должен точно совпадать с чертой на стекле экрана. В противном случае вращением специального регулировочного винта подводят нуль шкалы.

При арретированных весах помещают навеску на левую чашку весов, а на правую гири (разновесы), начиная с наибольших по массе. Осторожно поворачивая арретир, по отклонению от нуля определяют, достаточна ли масса разновесов, или есть необходимость добавить или убавить. Установив их необходимую массу, точное взвешивание продолжают при помощи лимбов или подвижных шкал, поворачивая их от меньших масс к большим (весы арретированы, дверцы закрыты).

После прекращения колебаний стрелки коромысла делают отсчет положения шкалы на экране. Плюс цифры на шкале показывает, что величину данного отсчета нужно прибавить к суммарному значению разновесов и лимбов, минус – вычесть. Точность аналитических весов 0,0001–0,0002 г.

После окончания взвешивания при арретированных весах снимают с весов взвешенный предмет и разновесы, возвращают лимбы в исходное положение и снова проверяют нуль шкалы. Если он отклоняется от ранее установленного нуля не более чем на цену деления, взвешивание произведено верно [1, 2].

1.2. Работа с мерной посудой

Помимо обычной химической посуды, в аналитической лаборатории используется специальная мерная, или калиброванная, посуда, предназначенная для точного измерения объема: мерные колбы, пипетки, бюретки.

Мерные колбы представляют собой плоскодонные сосуды шарообразной или грушевидной формы с узким и длинным горлом. На горле колбы имеется кольцевая метка, до которой нужно налить воду, чтобы вместимость ее была равна обозначенной на колбе. Наиболее часто употребляют мерные колбы емкостью 1000, 500, 250, 200, 100, 50, 25 мл.

Мерную колбу при наливании в нее жидкости необходимо брать только за горло и обязательно выше метки, чтобы не изменить температуру раствора, а также самой колбы. Раствор нужно наливать до метки (черты) так, чтобы вогнутый ***мениск*** поверхности жидкости сливался своей нижней частью с меткой, нанесенной на горло колбы. При проверке правильности наполнения колбу надо держать так, чтобы метка находилась на уровне глаз.

Мерные колбы применяют для разбавления того или иного раствора и приготовления растворов с точной концентрацией. В них не разрешается хранить растворы в течение продолжительного времени, а также нагревать их или проводить в них какие-либо реакции.

Для отмеривания небольших объемов применяют ***пипетки***, представляющие собой узкие стеклянные трубки, оттянутые с одного конца и расширенные посредине. Пипетки бывают двух видов: пипетки на какой-нибудь один объем с одной меткой (пипетки Мора) и пипетки с градуировкой, позволяющие наливать различные объемы жидкости.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Пипетки служат для переноса точно измеренных объемов из одних сосудов в другие. Для того чтобы отмерить точно определенный объем, оттянутый конец пипетки следует опустить в жидкость, подлежащую отбору, далее через верхнее отверстие резиновой грушей засосать жидкость в пипетку несколько выше метки. Затем нужно быстро заткнуть указательным пальцем правой руки верхнее отверстие пипетки, после чего можно вынуть нижний, оттянутый конец пипетки из раствора. Немного ослабляя нажим указательного пальца на верхнее отверстие пипетки, надо дать свободно стечь лишнему количеству жидкости из пипетки так, чтобы мениск уровня жидкости находился точно против метки на верхней части пипетки. Далее пипетку переносят в сосуд, куда должен быть налит отмеренный объем жидкости, нижним, оттянутым концом пипетки прикасаются к стенке этого сосуда. Отняв указательный палец от верхнего отверстия пипетки, дают либо стечь всей жидкости в сосуд, либо прекращают выливание раствора на нужном делении шкалы, нажав указательным пальцем на верхнее отверстие пипетки (при использовании градуированной пипетки). Если осуществляется отбор раствора в колбу для титрования, то стенки колбы омывают дистиллированной водой из промывалки.

Пипетки градуируют таким образом, что объем свободно вытекающей жидкости точно отвечает указанному на пипетке объему. Поэтому не следует выдувать или вытряхивать из пипетки не слившуюся из кончика пипетки жидкость. Если под рукой не имеется сухой пипетки, то можно перед отбором жидкости прополоскать пипетку этой же жидкостью. Если после отбора раствора на внутренних стеках пипетки обнаруживается хотя бы одна капля невылившегося раствора, всю работу начинают вновь, предварительно вымыв пипетку, так как каждая капля составляет 0,2 % от объема пипетки. Объем градуированных пипеток может составлять 1, 2, 5, 10 мл, объем пипеток Мора – 1, 5, 10, 20, 25, 50, 100 мл.

Бюретка представляет собой проградуированную стеклянную трубку. На наружной стенке бюретки имеется шкала с нулевой точкой в верхней части бюретки. Бюретки изготавливают различной емкости: на 50, 25, 10, 5, 2, 1 мл. На нижнем конце бюретка снабжена запорным приспособлением в виде стеклянного крана, или конец бюретки может быть оттянут в виде оливы, на которую надевают резиновую трубку с наконечником. Просвет резиновой трубки закрывают или металлическим пружинным, или винтовым зажимом. Затвором может служить вставленный внутрь стеклянный шарик. При сдавливании резиновой трубки в месте расположения шарика резина оттягивается, образуется щель между шариком и внутренней стенкой резиновой трубки, через которую вытекает раствор из бюретки. Если сдавливание прекратить, то шарик снова будет плотно прилегать к стенкам трубки и раствор перестанет течь.

Перед началом отмеривания раствора с помощью бюретки последнюю устанавливают вертикально и наполняют раствором выше нулевой отметки шкалы, открывают затвор, дают раствору заполнить резиновую трубку или стеклянный кран и наконечник. После этого, спустив жидкость до нулевой отметки, можно отмерять требуемое количество раствора. Наблюдать за уровнем раствора в бюретке необходимо при таком положении глаз, чтобы они находились строго на

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

уровне мениска. Отсчет уровня светлых растворов следует производить по нижнему мениску, отсчет темных растворов – по верхнему.

Чтобы бюретки при хранении по возможности не загрязнялись, их заполняют до верху дистиллированной водой. В этом случае при заполнении бюретки рабочим раствором ее полностью ополаскивают полным объемом того раствора, которым ее предполагается заполнить.

Так как стекло расширяется при нагревании, объем мерных колб, пипеток, бюреток будет меняться с температурой. Градуировку мерной посуды обычно производят для температуры 20 °С (указывается на мерной посуде), поэтому и пользоваться ею нужно только при комнатной температуре; измерять объем горячей или очень охлажденной жидкости не следует, это может привести к существенным ошибкам.

Помимо мерных колб, пипеток, бюреток, в количественном анализе также употребляются мерные цилиндры, мензурки, стаканы. Они имеют грубую калибровку и предназначены для приблизительного отмеривания различных реактивов.

Набор мерной посуды позволяет точно разделять аналитическую навеску (или исходный объем анализируемого раствора) на определенные доли, как принято говорить, ***аликвоты***. Для этой цели аналитическую навеску после растворения в небольшом количестве растворителя (воды, кислоты, щелочи и т.д.) переносят без остатка в мерную колбу. Чтобы такой перенос осуществить количественно, нужно несколько раз омывать стакан, из которого раствор переносят в мерную колбу, сливая жидкость, используемую для этого, также в мерную колбу. Далее раствор в мерной колбе разбавляют водой до метки. После тщательного перемешивания содержимого колбы можно отбирать пипеткой аликвотные части раствора для различных аналитических определений. Например, если навеска, имеющая вес 1,0000 г, растворена в мерной колбе на 250 мл, а на каждое отдельное определение с помощью пипетки взято по 25 мл, то, очевидно, в каждой отдельной порции раствора, отобранного пипеткой, содержится 0,1000 г анализируемого вещества.

С помощью мерных колб и пипеток можно также производить точное разбавление различных растворов. Для этой цели пипеткой в мерную колбу отбирают точный объем той жидкости, которую нужно разбавить, объем жидкости в колбе доводят до метки, приливая растворитель (воду, кислоту, щелочь и т.д.), и содержимое колбы тщательно перемешивают. Если, например, пипетка взята на 50 мл, а колба – на 250 мл, то очевидно, раствор будет точно разбавлен в 5 раз.

При проведении анализа всегда следует четко определиться, чем измерять тот или иной объем. Например, в колбу для титрования исследуемый раствор будет отмерен обязательно пипеткой (иногда мерной колбой), т.е. с точностью до 0,01–0,05 мл; буферный раствор добавлен мерным цилиндром, с точностью 1–5 мл, а разбавление титруемого раствора водой можно произвести попросту на глаз [3].

1.3. Обработка и запись результатов анализа

Важно не только тщательно выполнить само определение, но и правильно сделать соответствующие вычисления и корректно представить результат проведен-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

ного анализа. Это достигается с помощью ***метрологической обработки*** результатов эксперимента. ***Метрология*** – область знаний об измерениях, методах и средствах обеспечения их единства и способах достижения требуемой точности

В количественном анализе лишь в отдельных случаях возможно непосредственное определение содержания компонента, чаще всего измеряют величину ***аналитического сигнала***. Так, например, в гравиметрическом методе иногда прямо измеряют массу определяемого компонента, например элементарной серы. В большинстве методов аналитическим сигналом служит измерение физической величины на заключительной стадии анализа, функционально связанное с содержанием определяемого компонента. Это может быть объем титранта (в титриметрическом анализе), масса осадка (в гравиметрическом анализе), оптическая плотность (в фотометрическом анализе).

Погрешностью измерения называют отклонение результата измерения (x) от истинного значения измеряемой величины (μ). Измеряемой величиной в количественном анализе может быть как содержание компонента, так и аналитический сигнал.

По способу числового выражения выделяют абсолютную и относительную погрешность. ***Абсолютной погрешностью*** (Δx) называют разность результата измерения и истинного значения, т.е. погрешность, выраженную в единице измеряемой величины:

$$\Delta x = x - \mu. \qquad (1.1)$$

Относительной погрешностью (δx) называют отношение абсолютной погрешности к истинному значению измеряемой величины:

$$\delta x = \Delta x / \mu$$

или

$$\delta x = \Delta x \cdot 100 / \mu, \%. \qquad (1.2)$$

Относительная погрешность показывает ***точность*** измерения, так как при одинаковой абсолютной величине погрешности, точность измерения может быть существенно разной. Иногда в литературе точностью называют величину обратную относительной ошибке измерения.

Достоинствами оценки погрешности с помощью абсолютной величины является независимость погрешности от измеряемой величины и совпадение размерностей измеряемой величины и погрешности. Но с помощью абсолютной погрешности невозможно оценить общую погрешность результата анализа, когда имеется ряд различных по размерностям измеряемых величин.

К достоинствам оценки погрешности с помощью относительной величины относится ее безразмерность, возможность ранжирования и сложения погрешностей разной размерности. Недостаток относительной погрешности – ее зависимость от измеряемой величины. Особенно это становится явным, если измеряемая величина становится близкой к нулю. Тогда незначительные изменения истинного значения измеряемой величины приводят к громадным изменениям относительной погрешности. Удачный выбор вида погрешности отражает уровень квалификации аналитика.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Главной проблемой является то, что при измерениях не известно истинное значение измеряемой величины, поэтому его приближенно считают равным ***среднему значению*** ($\bar{x}$) измеряемой величины.

В теории ошибок доказывается, что при условии выполнения нормального закона (закона распределения Гаусса) при n измерениях одинаковой точности среднее арифметическое из результатов, полученных при всех измерениях, является наиболее вероятным значением измеряемой величины:

$$\bar{x} = x_1 + x_2 + ... + x_n = 1/n \sum_{i=1}^{n} x_i. \qquad (1.3)$$

Это среднее значение принимают за приближенное и пишут

$$\mu \approx \bar{x}. \qquad (1.4)$$

При этом результаты измерений $x_1, x_2, \ldots, x_n$ называют ***выборкой***, а число измерений в выборке (n) – ***объемом выборки***.

По источнику погрешности измерения могут быть ***методические*** и ***инструментальные***. В первом случае источник погрешности – метод, во втором – средство измерения.

По закономерности проявления погрешности измерения могут иметь две составляющие: систематическую ($\Delta x_{сист}$, $\delta x_{сист}$) и случайную ($\Delta x_{случ}$, $\delta x_{случ}$). ***Систематической погрешностью*** называют составляющую погрешности, которая остается постоянной или закономерно изменяется при повторных измерениях одной и той же величины. Систематической погрешностью определяется ***правильность*** результатов. Эксперимент дает лишь тогда правильный результат, когда он свободен от систематической погрешности. Систематические погрешности никак себя не проявляют. Чаще всего обнаруживаются при поверке прибора или аттестации методики. Когда систематическую погрешность нельзя исключить, но она известна, то ее можно учесть. Например, в титриметрическом анализе систематическая ошибка может быть вызвана неправильно приготовленным раствором титранта. В этом случае может быть введен поправочный коэффициент.

Случайной погрешность называют составляющую погрешности, изменяющуюся случайным образом при повторных измерениях одной и той же физической величины. От случайной погрешности зависит ***воспроизводимость*** результатов. Чем больше значение случайной погрешности, тем меньше воспроизводимость. Их пытаются свести к минимуму. Обычно уменьшения этого вида погрешности добиваются увеличением объема выборки, т.е. числа измерений. Грубая погрешность или ***промах*** – это случайная погрешность результата отдельного измерения, входящего в ряд измерений, которая для данных условий резко отличается от остальных результатов этого ряда. Измерение, где допущен промах, исключается и во внимание не принимается

При параллельных определениях качество измерений, отражающее близость друг к другу результатов оценивает при строго фиксированных условиях проведения эксперимента ***сходимость*** результатов измерения. При варьировании условий (в разное время, разными методами) – осуществляется оценка ***воспроизводимости*** результатов измерения. Для этого используют следующие величины.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Единичное отклонение (ε_i) – отклонение отдельного измерения от среднего арифметического:

$$\varepsilon_i = x_i - \bar{x}. \tag{1.5}$$

Алгебраическая сумма единичных отклонений равна нулю:

$$\sum_{i=1}^{n} \varepsilon_i = 0. \tag{1.6}$$

Рассеяние результатов измерений относительно среднего значения принято характеризовать ***дисперсией***

$$S^2 = \sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2 / (n-1) \tag{1.7}$$

или ***стандартным отклонением*** (средним квадратичным отклонением)

$$S = \sqrt{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2 / (n-1)}. \tag{1.8}$$

При химическом анализе воспроизводимость результатов измерений аналитического сигнала (S) не совпадает с воспроизводимостью методики анализа в целом ($S_м$). В общем случае $S_м > S$, так как значение $S_м$ складывается из совокупности погрешностей отбора пробы ($S_{о.п}$), погрешностей подготовительных операций пробы перед измерениями ($S_{п.о.}$) и погрешности измерения аналитического сигнала:

$$S_м = \sqrt{S_{о.п.}{}^2 + S_{п.о.}{}^2 + S^2}. \tag{1.9}$$

При подсчете стандартного отклонения всегда используют неокругленные результаты измерений с ненадежным последним знаком после запятой. Если, например, у бюретки цена деления 0,1 мл, то в расчетах используют результат измерения объема с точность до сотых.

Стандартное отклонение, деленное на среднее выборки, называют ***относительным стандартным отклонением***:

$$S_r = S / \bar{x}. \tag{1.10}$$

При оценке воспроизводимости полученных результатов вычисляют также ***дисперсию среднего арифметического***

$$S_{\bar{x}}^2 = \frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{[n(n-1)]} \tag{1.11}$$

и ***стандартное отклонение среднего арифметического***

$$S_{\bar{x}} = \frac{S}{\sqrt{n}} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^{n} (x_i - \bar{x})^2}{[n(n-1)]}}. \tag{1.12}$$

В стандартных ситуациях метрологическую обработку результатов начинают с определения и исключения грубых погрешностей (промахов). Для небольшого числа измерений ($n < 10$) ведут оценку по Q-критерию. Все полученные результаты записывают в порядке убывания или возрастания и находят значение Q для

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

подозрительно выделяющегося значения (будь оно наибольшим или наименьшим). Составляют соотношение

$$Q = \frac{|x_1 - x_2|}{R}, \quad (1.13)$$

где x_1 – проверяемый результат измерения; x_2 – результат измерения ближайший по значению к проверяемому; R – размах варьирования.

Размах варьирования определяется как разница между наибольшим (x_{max}) и наименьшим (x_{min}) значениями ряда измерений:

$$R = x_{max} - x_{min}. \quad (1.14)$$

Вычисленное значение Q сопоставляют с табличным значением $Q(\overline{P}, n)$, где $\overline{P}$ –доверительная вероятность, n – объем выборки (табл. 1). Наличие грубой погрешности доказано, если $Q > Q(\overline{P}, n)$.

Таблица 1

Значения Q-критерия [4]

Объем выборки, n	Доверительная вероятность, $\overline{P}$		
	0,90	0,95	0,99
3	0,94	0,98	0,99
4	0,76	0,85	0,93
5	0,64	0,73	0,83
6	0,56	0,64	0,74
7	0,51	0,59	0,68
8	0,47	0,54	0,63
9	0,44	0,51	0,60

Доверительная вероятность – это для случаев, в которых среднее (арифметическое) при данном числе определений будет лежать в определенных пределах. Доверительная вероятность связана с двусторонней – верхней и нижней – границей разброса среднего значения выборки. В аналитической химии, как правило, при расчетах используется доверительная вероятность 0,95 (95 %), реже 0,90 (90 %) и 0,99 (99 %).

Промах отбрасывают и не учитывают при дальнейшей обработке. Q-тест повторяют вновь и продолжают, пока не будут отброшены все результаты, полученные с недопустимо грубыми погрешностями.

После того как осуществлена проверка грубых погрешностей и их исключение, производят оценку ***доверительного интервала*** $\Delta\overline{x}$ для среднего значения x, ***интервальных значений*** $\overline{x} \pm \Delta\overline{x}$ и при необходимости – оценку ***правильности*** результатов, связанную с наличием систематических ошибок.

Доверительный интервал рассчитывают по формуле

$$\Delta x = \frac{t(\overline{P}, f) \cdot S}{\sqrt{n}}, \quad (1.15)$$

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

где $t(\overline{P}, f)$ – квантиль распределения Стьюдента или коэффициент Стьюдента при доверительной вероятности $\overline{P}$ и числе степеней свободы $f = n - 1$ (табл. 2). Коэффициент Стьюдента показывает во сколько раз разность между истинным и средним результатом больше стандартного отклонения среднего результата [4].

Таблица 2

Значения коэффициентов Стьюдента [4]

Объем выборки, n	Число степеней свободы, f	Доверительная вероятность, $\overline{P}$		
		0,90	0,95	0,99
2	1	6,31	12,7	63,7
3	2	2,92	4,30	9,92
4	3	2,35	3,18	5,84
5	4	2,13	2,78	4,60
6	5	2,02	2,57	4,03
7	6	1,94	2,45	3,71
8	7	1,89	2,36	3,50
9	8	1,86	2,31	3,36
10	9	1,83	2,26	3,25
11	10	1,81	2,23	3,17
12	11	1,80	2,20	3,11
13	12	1,78	2,18	3,06
14	13	1,77	2,16	3,01
15	14	1,76	2,14	2,98
∞	∞	1,64	1,96	2,58

Отметим, что при оформлении окончательного результата в виде интервальных значений придерживаются следующего правила. Погрешность должна иметь одну или две значащие цифры, а число, выражающее среднее значение измеряемой величины, должно оканчиваться разрядом, которым начинается погрешность, т.е. значения среднего результата и доверительного интервала должны быть выражены числами с одинаковым числом знаков после запятой. Число, выражающее значение погрешности округляют всегда в большую сторону, для того чтобы не занижать погрешность. Среднее значение округляют по правилам округления. ***Значащие цифры*** данного числа – это цифры, начиная с первой слева, отличной от нуля.

В химико-аналитических расчетах довольно часто содержание компонента является косвенно определяемой величиной, и погрешность определения складывается из погрешностей нескольких измерений. Среднее значение косвенно определяемой величины получают подстановкой в расчетную формулу средних арифметических значений непосредственно измеренных величин:

$$\overline{y} = f(\overline{x}_1, \overline{x}_2, ..., \overline{x}_i, ..., \overline{x}_n). \qquad (1.16)$$

Дисперсию косвенно определяемой величины вычисляют по закону накопления ошибок:

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

$$S_y^2 = \left(\frac{\partial f}{\partial x_1}\right)^2 S_{x_1}^2 + \left(\frac{\partial f}{\partial x_2}\right)^2 S_{x_2}^2 + \ldots + \left(\frac{\partial f}{\partial x_i}\right)^2 S_{x_i}^2 + \ldots + \left(\frac{\partial f}{\partial x_n}\right)^2 S_{x_n}^2. \quad (1.17)$$

Пользуясь уравнением (1.17), можно оценить погрешность косвенного измерения, если известны погрешности прямых измерений [4].

В физико-химических методах анализа широко применяют приемы графического изображения функциональной зависимости между аналитическим сигналом, например, оптической плотностью в фотометрическом анализе, и концентрацией определяемого компонента. Эта зависимость называется ***градуировочным*** или ***калибровочным графиком***. Для построения градуировочного графика измеряют аналитический сигнал, например, оптическую плотность (A_i), растворов известной, но различной концентрации (c_i). Определение концентрации в анализируемом образце проводят в тех же условиях, что и для стандартных растворов. Измерив аналитический сигнал раствора анализируемого образца, можно по градуировочному графику определить его концентрацию. При вычислении содержания определяемого компонента учитывают фактор разбавления.

Рассмотрим метрологическую обработку результатов фотометрического анализа. Зависимость между оптической плотностью и концентрацией определяемого компонента носит линейный характер

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c, \quad (1.18)$$

где A – оптическая плотность, ε – молярный коэффициент погашения (коэффициент экстинкции), l – длина светопоглощающего слоя, c – концентрация светопоглощающего вещества, т.е. уравнение (1.18) можно в общем виде представить как линейную зависимость

$$y = b \cdot x. \quad (1.19)$$

Измеряют оптическую плотность n растворов известной концентрации (стандартных растворов). Получают ряд точек на калибровочной кривой с координатами (c_i, A_i), где $i = 1$–n.

Из метода наименьших квадратов (МНК) рассчитывают коэффициент b и его доверительный интервал [5]:

$$b = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2}, \quad (1.20)$$

$$S_{xy}^2 = \frac{\sum y_i^2 - b\sum x_i y_i}{(n-1)}, \quad (1.21)$$

$$S_b^2 = \frac{S_{xy}^2}{\sum x_i^2}, \quad (1.22)$$

$$\Delta b = S_b \cdot t(\overline{P}, f) = t(\overline{P}, f)\sqrt{\frac{S_{xy}^2}{\sum x_i^2}}. \quad (1.23)$$

Измеряют m раз оптическую плотность исследуемого раствора. Получают m значений аналитического сигнала y_{ai}. Рассчитывают $\overline{y}_{ан}$ по уравнению

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

$$\bar{y}_{ан} = y_1 + y_2 + ... + y_n = \frac{1}{m}\sum_{i=1}^{n} y_i, \quad (1.24)$$

а по уравнению

$$\bar{x}_{ан} = \frac{y_{ан}}{b} \quad (1.25)$$

находят среднее значение содержания компонента в анализируемой пробе.

Если каждый из n стандартных растворов анализируется без повторений, а проба с неизвестным содержанием m раз, то

$$S_{\bar{x}_{ан}} = \frac{1}{b}\sqrt{S_{xy}^2\left[\frac{1}{m} + \frac{1}{n} + \frac{n(\bar{y}_{ан} - \bar{y})^2}{b^2\left[n\sum x_i^2 - \left(\sum x_i\right)^2\right]}\right]}, \quad (1.26)$$

$$\Delta\bar{x}_{ан} = S_{\bar{x}_{ан}} \cdot t(\bar{P}, f), \quad (1.27)$$

где $f = n - 2$. Если проводят параллельные измерения для каждого из n стандартных растворов и число параллельных измерений равно k, то в уравнения (1.26), (1.27) вместо n берут $n = n' \cdot k$ и $f = n' - 2$.

При расчете метрологических характеристик удобно помещать данные в таблицы. В настоящее время метод наименьших квадратов включается в ряд стандартного компьютерного программного обеспечения (Microsoft Excel, MathCad), что позволяет не проводить вручную довольно громоздких расчетов.

1.4. Титриметрический метод анализа

1.4.1. *Сущность титриметрического метода анализа*

Методы, основанные на титровании, относятся к числу наиболее важных в количественном анализе. Титрование осуществляется путем измерения ***стандартного раствора***, т.е. раствора точно известной концентрации, необходимого для проведения реакции (достижения ***точки эквивалентности***) с неизвестным количеством определяемого вещества. Стандартный раствор называется ***титрантом***; объем титранта, затраченного на титрование, тщательно измеряют с помощью бюретки.

Значительно сокращает затраты времени на приготовление титрованных растворов применение специальных ампул, выпускаемых промышленностью – ***фиксаналов***. Фиксаналы содержат точно известное количество вещества. Растворение или разбавление содержимого фиксанала в мерной колбе позволяет сразу получить титрованный раствор.

Определение основано на законе ***эквивалентов***: по окончании реакции число эквивалентов одного реагента равно числу эквивалентов другого реагента

$$n_1 = n_2. \quad (1.28)$$

Следует также помнить, что равенство касается не числа молей, а именно эквивалентов. Величина эквивалента зависит от конкретной химической реакции, в которую вступает вещество, но расчеты по закону эквивалентов от этого не зависят. Число эквивалентов можно найти, во-первых, по массе реагента:

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

$$n = m / Э, \quad (1.29)$$

где Э – молярная масса эквивалентов, моль/л; а во-вторых, по нормальной концентрации:

$$n = N \cdot V, \quad (1.30)$$

где V – объем раствора, л.

Эквивалент кислоты (основания) – такая частица вещества, которая в данной реакции высвобождает один ион водорода или соединяется с ним. Эквивалент окисляющегося (восстанавливающегося) вещества – такая частица вещества, которая в данной реакции может присоединять или высвобождать один электрон. Таким образом, чтобы найти молярную массу эквивалентов, необходимо разделить молярную массу вещества на количество ионов водорода или на количество электронов, участвующих в реакции. Эквивалент вещества, принимающего участие в реакции комплексообразования, зависит от соотношения металла и лиганда. В частности, при титровании подавляющего большинства ионов этилендиаминтетраацетатом (ЭДТА) молярная масса эквивалентов равна молярной массе вещества (соотношение 1:1).

Конкретно применительно к расчетам в титриметрическом анализе закон эквивалентов выглядит так. Предположим, что для определения нормальности раствора взята аликвота V_a мл исследуемого раствора. Далее предположим, что на титрование этого раствора до точки эквивалентности пошло V_m мл рабочего раствора с нормальностью N_m. Обозначим искомую нормальность исследуемого раствора N. В точке эквивалентности число эквивалентов прибавленного реактива равно $N_m V_m$, этой же величине должно быть равно и число эквивалентов взятого для титрования раствора NV_a. Таким образом, получим

$$N \cdot V_a = N_m \cdot V_m, \quad (1.31)$$

искомая нормальность определяется из уравнения

$$N = (N_m \cdot V_m) / V_a. \quad (1.32)$$

Для того чтобы заметить наступление точки эквивалентности, используют специальные вещества – ***индикаторы***, изменяющие в точке эквивалентности свою окраску. Так, при кислотно-основном титровании используются ярко окрашенные слабые кислоты либо основания. Поскольку их подбирают так, чтобы второе основание или кислота (индикатор) было более слабым, то оно и титруется кислотой после определяемого вещества. Кроме того, и концентрация индикатора значительно ниже. Об этом следует помнить и никогда не добавлять большие количества индикатора, иначе на его титрование будет расходоваться слишком большое количество титранта. При окислительно-восстановительном титровании применяют редокс-индикаторы, представляющие собой ярко окрашенные вещества, меняющие окраску при окислении или восстановлении. Каждый индикатор меняет свою окраску в определенной области pH или области значений потенциалов. Их выбирают так, чтобы эти области были как можно ближе к точке эквивалентности.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

1.4.2. *Кислотно-основное титрование*

В методах кислотно-основного титрования основной является реакция передачи протона от титранта титруемому веществу или титруемого вещества титранту. Реакции кислотно-основного взаимодействия характеризуются высокой скоростью, протекают строго стехиометрически.

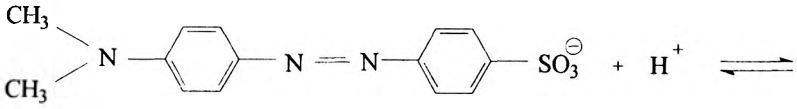
В качестве рабочих растворов используют растворы сильных кислот (соляной, серной и т.д.) или сильных основания (гидроксида калия, гидроксида натрия и т.д.). Растворы кислот устойчивы и могут храниться без изменений сколь угодно долго. Растворы щелочей также устойчивы, однако их рекомендуется хранить в парафинированной и фторопластовой посуде, чтобы не допустить взаимодействия со стеклом. Необходимо также учитывать, что растворы щелочей поглощают диоксид углерода из воздуха.

Если молярная концентрация эквивалента кислоты точно известна, этот раствор можно использовать для установления концентрации щелочи и наоборот.

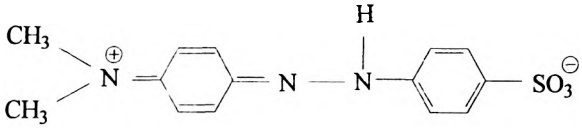
Для индикации точки эквивалентности в данном методе используют кислотно-основные индикаторы: фенолфталеин, интервал перехода окраски которого *pH* 8,2–9,8, метиловый оранжевый – с интервалом перехода окраски *pH* 3,1–4,4.

Данные индикаторы представляют собой различные органические соединения, являющиеся или слабыми кислотами, или слабыми основаниями, которые при диссоциации и сопровождающих ее таутомерных превращениях изменяют свою окраску. В качестве примера рассмотрим, какие химические процессы протекают при изменении окраски этих индикаторов.

Метиловый оранжевый относится к биполярным соединениям, имеющим свойства и кислоты, и основания. Он содержит одну сильнокислотную сульфатную группу и основные аминогруппы. Поскольку диссоциация сульфатной группы протекает полностью, практически при всех значениях *pH* раствора индикаторные свойства метилового оранжевого зависят от состояния аминогрупп. В щелочной среде, а также в разбавленном водном растворе метиловый оранжевый находится в виде аниона, имеющего желтую бензоидную форму. При действии кислоты желтая форма индикатора переходит в красную хиноидную:



Желтая (бензоидная) форма

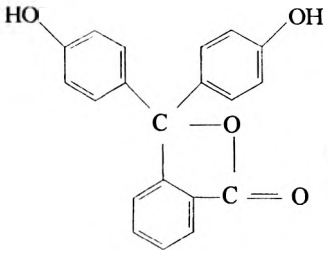


Красная (хиноидная) форма

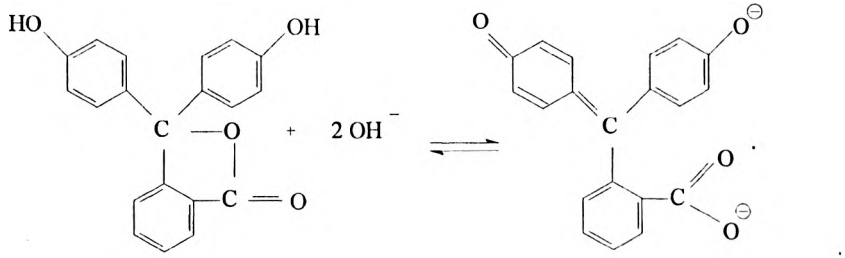
https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Фенолфталеин в нейтральном или кислом растворе находится в бесцветной (бензоидной) форме:

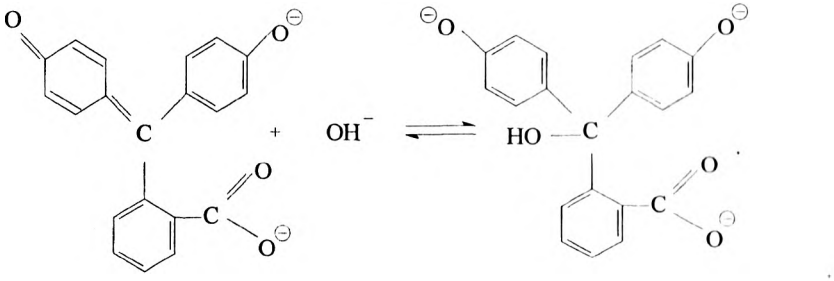


При действии разбавленных растворов щелочей индикатор превращается в двухзарядный анион, имеющий хиноидную структуру и окраску:



Бесцветная бензоидная форма — Красная хиноидная форма

В сильнощелочной среде $pH > 13$ фенолфталеин переходит в бесцветный трехзарядный анион:



Красная хиноидная форма — Бесцветная форма

Точка эквивалентности при кислотно-основном титровании не всегда будет $pH = 7$, а только в случае взаимодействия сильной кислоты с сильным основанием. Для правильного выбора индикатора нужно знать ход ***кривой титрования***. Кривые титрования показывают графическую зависимость концентрации участника реакции (или логарифма концентрации, например pH), протекающей при титровании от объема, добавленного титранта (или степени оттитрованности, f, %).

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

На рис. 1 показано, что при титровании сильной кислоты сильным основанием можно применять и фенолфталеин и метиловый оранжевый. При титровании сильного основания сильной кислотой применяют такие же индикаторы.

При титровании слабой кислоты (например, уксусной) сильным основанием точка эквивалентности смещается в более щелочную область, и скачок титрования становится меньше (рис. 2). В этом случае для индикации точки эквивалентности можно использовать только фенолфталеин.

При титровании слабого основания (например, раствора аммиака) сильной кислотой ситуация противоположная (рис. 3). Фенолфталеин в этом случае не применим, для индикации нужно использовать метиловый оранжевый [1, 2].

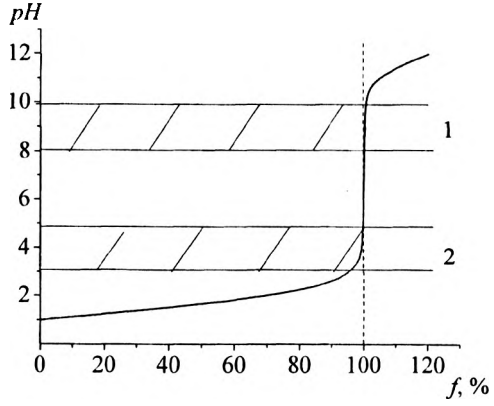


Рис. 1. Кривая титрования сильной кислоты сильным основанием: 1 – интервал *pH* изменения окраски фенолфталеина, 2 – интервал *pH* изменения окраски метилового оранжевого

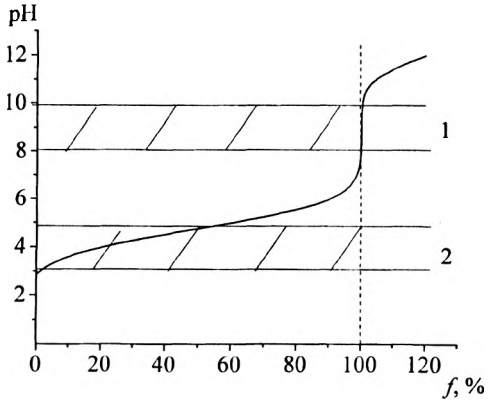


Рис. 2. Кривая титрования слабой кислоты сильным основанием: 1 – интервал *pH* изменения окраски фенолфталеина, 2 – интервал *pH* изменения окраски метилового оранжевого

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

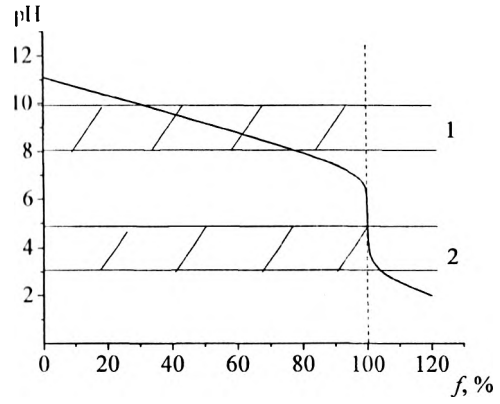
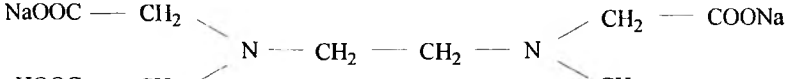


Рис. 3. Кривая титрования слабого основания сильной кислотой: 1 – интервал *pH* изменения окраски фенолфталеина, 2 – интервал *pH* изменения окраски метилового оранжевого

1.4.3. *Комплексонометрическое титрование*

Методы комплексообразования основаны на применении реакций связывания ионов в прочные комплексные соединения. Чаще всего используют трилон Б или двунатриевую соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА):



Обозначим кислотный остаток ЭДТА через Y, тогда формулу трилона Б можно записать Na_2H_2Y. В основе трилонометрического титрования лежат реакции ионов металлов с анионом этилендиаминтетраацетата, например:

$Ca^{2+} + H_2Y^{2-} \leftrightarrow CaY^{2-} + 2H^+$,

$Fe^{3+} + H_2Y^{2-} \leftrightarrow FeY^- + 2H^+$.

Эквивалент вещества, принимающего участие в реакции комплексообразования, определяется соотношением металла и лиганда. Из уравнений реакций следует, что при титровании подавляющего большинства ионов этилендиаминтетраацетатом (ЭДТА) молярная масса эквивалента вещества равна молярной массе вещества (соотношение 1:1).

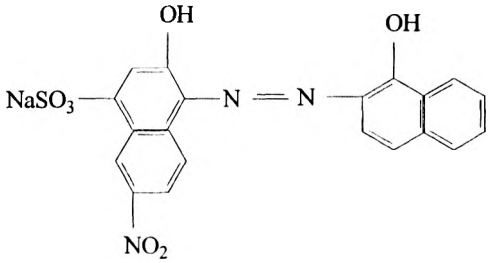
На равновесие реакций комплексообразования влияет *pH* раствора. Для постоянства *pH* раствора используют ***буферные смеси***. Буферными называю растворы, одновременно содержащие слабую кислоту и ее соль (или слабое основание и его соль), и обладающие свойством сохранять практически неизменной концентрацию ионов водорода при разбавлении, а также при добавлении небольших количеств кислот или щелочей.

Для определения точки эквивалентности в комплексонометрии применяют металлоиндикаторы – слабые органические кислоты. При образовании комплексных соединений с ионами металлов они изменяют свою окраску. В качестве примера рассмотрим эриохром черный Т, применяющийся при титровании ионов магния и других металлов.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Эриохром черный Т, является натриевой солью 1-окси-2-нафтилазо-6-нитро-2-нафтол-4-сульфокислоты:



Эта кислота является трехосновной, и потому при растворении эриохрома черного Т в воде в зависимости от *pH* раствора могут в различных соотношениях образовываться три формы анионов: $H_2Э^-$, $НЭ^{2-}$, $Э^{3-}$, где через $Э^{3-}$ обозначен сложный органический анион, полученный в результате полной диссоциации, т.е. отрыва водорода сульфогруппы и двух фенольных групп. В интервале *pH* от 7 до 11 эриохром черный Т находится в растворе главным образом в форме $H_2Э^-$, а при *pH* больше 11,5 – в форме $Э^{3-}$. Анион $НЭ^{2-}$ окрашивает раствор в синий цвет, анион $Э^{3-}$ – в оранжевый. При *pH* меньше 6 в растворе находится вино-красный анион $H_2Э^-$.

Если к раствору, содержащему ионы Mg^{2+} добавить небольшое количество индикатора – эриохрома черного Т, то в результате образования $MgЭ^-$ раствор окрасится в винно-красный цвет, при этом основная масса ионов магния будет оставаться в свободном состоянии (малое количество индикатора). При титровании этого раствора рабочим раствором трилона Б в первую очередь будет происходить взаимодействие аниона этилендиаминтетрауксусной кислоты со свободными ионами магния. Когда же все свободные ионы магния будут израсходованы на образование комплексного соединения с трилоном Б, будет происходить реакция вытеснения индикатора

$$MgЭ^- + H_2Y^{2-} \leftrightarrow MgY^{2-} + НЭ^{2-} + H^+$$

и раствор изменит винно-красную окраску на синюю.

Появление синей окраски после переходной – фиолетовой – свидетельствует о достижении точки эквивалентности. Фиолетовая окраска соответствует одновременному присутствию в растворе вино-красного комплекса $MgЭ^-$ и свободного индикатора в виде $НЭ^{2-}$ синего цвета. Только при полном вытеснении ионов магния из комплекса $MgЭ^-$ количество израсходованного трилона Б будет эквивалентно количеству магния. При этом в растворе останется одно окрашенное соединение – свободный индикатор синего цвета [1, 2].

1.4.4. *Жесткость воды*

Когда природная вода протекает через почвенные слои, легко растворимые соли экстрагируются из почвы в воду, обуславливая тем самым ***жесткость*** воды. В основном жесткость природных вод характеризует содержание в них ионов Ca^{2+} и

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Mg^{2+} (до некоторой степени также Fe^{2+}, Fe^{3+}). Общая жесткость количественно выражается числом миллиграмм-эквивалентов растворимых солей кальция и магния в 1 л воды. Таким образом, ***общая жесткость*** воды складывается из ***кальциевой*** и ***магниевой жесткости***.

Выделяют также ***карбонатную жесткость***, обусловленную содержанием гидрокарбонатов кальция и магния, и ***некарбонатную***, обусловленную содержанием сульфатов, хлоридов, бисиликатов и т.д. кальция и магния. При нагревании воды нарушается карбонатное равновесие (уменьшается содержание CO_2), вследствие чего гидрокарбонаты переходят в карбонаты:

$Ca(HCO_3)_2 \leftrightarrow CaCO_3 + CO_2 + H_2O$.

Растворимость карбонатов кальция и магния значительно меньше, чем гидрокарбонатов, поэтому при нагревании жесткость воды снижается. Этим процессом пользуются при умягчении воды кипячением. Отметим, что при кипячении удаляется не вся карбонатная жесткость воды, поскольку карбонаты, хотя и незначительно, но все же растворимы в воде. При нагревании удаляется частично и кальциевая некарбонатная жесткость, обусловленная сульфатом кальция, так как снижается растворимость сульфата кальция (гипса). Жесткость, удаляемая кипячением, называется ***устранимой*** или ***временной***. Разность между карбонатной и устранимой жесткостью называют ***остаточной***. ***Постоянная жесткость*** – это жесткость не устранимая кипячением. Сумма временной и постоянной жесткости представляет собой ***общую жесткость*** воды. Жесткость питьевой воды согласно СанПиН 2.1.4.1074 – 01 [6] не должна превышать 7 мг-экв/л.

Карбонатную жесткость, обусловленную присутствием в воде бикарбонатов кальция и магния, определяют титрованием пробы соляной кислотой в присутствии метилового оранжевого. Общую жесткость определяют трилонометрическим титрованием в щелочной среде. Определению общей жесткости мешают ионы марганца, меди, цинка, высокое содержание углекислых и двууглекислых солей. Мешающее влияние устраняют в ходе анализа. Например, марганец, окисляясь на воздухе, мешает определению; внешне это выражается в том, что раствор постепенно обесцвечивается, приобретая серый цвет. Чтобы препятствовать окислению добавляют восстановители, например, гидроксиламин солянокислый.

Некарбонатную жесткость определяют по разности между общей жесткостью и карбонатной. Устранимую жесткость определяют по разности содержания бикарбонат ионов до и после кипячения.

1.5. Спектрофотометрический анализ

Метод молекулярной абсорбционной спектроскопии в УФ- и видимой областях спектра обычно называют ***спектрофотометрией***. Объектом спектрофотометрических измерений, как правило, являются растворы. Спектрофотометрический метод, будучи абсорбционным, основан на измерении поглощения света. Его чаще всего измеряют путем сравнения интенсивностей света внешнего источника, падающего на образец и прошедшего сквозь него. Отметим, что изменение интенсивности света при прохождении через образец может быть вызвано светопогло-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

щением не только определяемого вещества, но и других компонентов (в частности, растворителя), а также рассеянием, отражением и т.д. Для того, чтобы исключить влияние светорассеяния, фотометрируемый раствор должен быть прозрачным. Прочие эффекты можно скомпенсировать, используя раствор сравнения. В простейшем случае им является чистый растворитель или раствор контрольного опыта (содержащий все компоненты, кроме определяемого).

Фотометрируемый раствор помещают в ***кювету*** – сосуд с плоскими параллельными прозрачными гранями. Раствор сравнения и фотометрируемый раствор помещают в кюветы одинаковой толщины. Светопоглощение измеряют по двух- или однолучевой схеме. При двухлучевой схеме световой поток источника делят на два потока равной интенсивности и пропускают один из них через фотометрируемый раствор, а второй – через раствор сравнения. Величину светопоглощения находят сравнением интенсивностей потоков на выходе из обоих растворов. При однолучевой схеме раствор сравнения и фотометрируемый раствор устанавливают на пути потока поочередно.

Разберем основные характеристики метода. ***Чувствительность*** выражается углом наклона градуированного графика. Тангенс угла наклона равен коэффициенту поглощения, в частности ***молярному коэффициенту поглащения*** – ε. Чем больше значение ε вещества, тем чувствительнее его определение. Часто определяемый элемент переводят в другую форму, с тем чтобы повысить ε и проводить измерения оптической плотности в видимой области спектра, используя простые приборы или визуальные методы. Так, большинство аквакомплексов металлов и анионов поглощают свет в УФ-области и имеют низкий молярный коэффициент ($\varepsilon \leq 100$). Обычно их переводят в интенсивно окрашенные комплексы с переносом заряда или соединения с органическими лигандами, содержащими хромофорные группы. Многие органические вещества обладают интенсивным светопоглощением в УФ-области, что позволяет определять их, не переводя в другую форму.

Минимальная погрешность измерения оптической плотности допускается в интервале 0,1–0,9, поэтому все растворы определяемых веществ нужно разбавлять (или концентрировать) так, чтобы измеряемая оптическая плотность не выходила за указанный диапазон. Для веществ с большими значениями молярного коэффициента поглощения ε определяемые концентрации могут быть низкими вплоть до нескольких микрограммов в одном литре и меньше.

Для получения ***воспроизводимых*** результатов желательно измерять оптическую плотность в максимуме поглощения: случайное отклонение в ту или другую сторону от максимальной длины волны незначительно скажется на среднем значении оптической плотности, особенно если полоса поглощения достаточно широка.

Систематические погрешности в спектрофотометрии могут возникнуть в связи с отклонениями от закона Бугера – Ламберта – Бера, а именно с немонохроматичностью светового потока и химическими взаимодействиями в измеряемой системе, а также при наличии примесей, которые поглощают свет в данной области спектра. Для снижения систематической ошибки существуют специальные

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

приемы, как, например, приготовление холостого раствора, содержащего все компоненты, кроме определяемого.

По значению молярного коэффициента поглощения ε и оптической плотности холостого раствора можно оценить ***предел обнаружения*** вещества данным методом.

Итак, сформулируем условия и последовательность фотометрического определения вещества:

1) выбирают фотометрическую форму вещества, т.е. соединение, в которое переводят вещество для измерения оптической плотности, учитывая значение ε и наличие других компонентов в анализируемом объекте;

2) снимают спектр поглощения и выбирают оптимальную длину волны, как правило, это максимум поглощения;

3) исследуют влияние посторонних веществ на оптическую плотность;

4) устанавливают область концентраций подчинения закону Бугера – Ламберта – Бера. Для этого готовят серию растворов, содержащих различные количества стандартного раствора определяемого вещества. Проводят фотометрическую реакцию в каждом растворе, одновременно готовят холостой раствор. Подбирают кювету так, чтобы оптическая плотность раствора с наименьшей концентрацией была не менее 0,05–0,1, а с самой высокой не более 0,8–1,0. Измеряют оптическую плотность всех растворов. Если график зависимости оптической плотности от концентрации представляет собой прямую линию, то растворы подчиняются закону Бугера – Ламберта – Бера [5].

1.5.1. *Закон Бугера – Ламберта – Бера*

Пусть поток монохроматического излучения с интенсивностью I_0 проходит через слой раствора с концентрацией поглощающих частиц c и толщиной l (рис. 4).

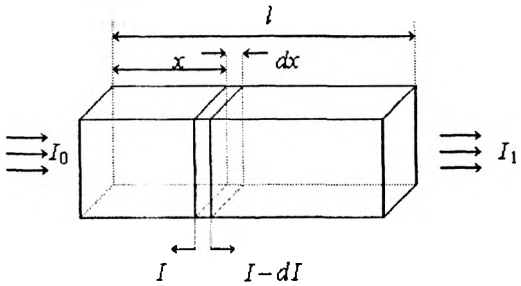


Рис. 4. К выводу закона Бугера – Ламберта – Бера

При этом одна часть потока рассеивается, другая – отражается, третья – поглощается. В результате выходящий поток с интенсивностью I_1 будет ослаблен, т.е. I_1/I_0 называют ***пропусканием*** T. Оно показывает, какая доля падающего на раствор света поглощается, при этом доля рассеянного и отраженного света

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

обычно мала и ею пренебрегают. Пропускание часто выражают в процентах. Для абсолютно прозрачных растворов $T = 100\ \%$, для абсолютно непрозрачных растворов $T = 0$.

Выделим в растворе слой толщины dx. Чем больше частиц встретится на пути светового потока в этом слое, тем больше света поглотится. Число поглощающих частиц в слое пропорционально их концентрации и объему раствора. При постоянной площади сечения число частиц пропорционально $c \cdot dx$. Следовательно, относительное уменьшение интенсивности света можно выразить следующим образом:

$$dI / I = -k \cdot c \cdot dx, \tag{1.33}$$

где k – коэффициент пропорциональности; знак минус указывает на уменьшение интенсивности потока.

Интегрируем это выражение по всей толщине слоя, т.е. в интервале x от 0 до l (при этом интенсивность потока меняется от I_0 до I_1):

$$\int_{I_0}^{I} \frac{dI}{I} = -k \cdot c \int_{0}^{l} dx, \tag{1.34}$$

получаем

$$\ln \frac{dI}{I} = -k \cdot c \cdot l. \tag{1.35}$$

Для удобства заменим натуральный логарифм десятичным, и чтобы избавиться от знака минус, поменяем местами числитель со знаменателем:

$$\lg \frac{dI}{I} = a \cdot c \cdot l. \tag{1.36}$$

Величину $\lg(I_0/I)$ называют оптической плотностью и обозначают буквой A.

Для абсолютно прозрачного раствора $A = 0$. Для абсолютно непрозрачного раствора $A \to \infty$. Нетрудно видеть, что оптическая плотность и пропускание связаны между собой выражением

$$A = \lg \frac{1}{T}, \tag{1.37}$$

если T выражают в процентах, то

$$A = 2 - \lg T. \tag{1.38}$$

Коэффициент поглощения a в выражении (1.36) равен оптической плотности при единичных концентрации и толщине слоя и в зависимости от способа выражения последних может иметь разные единицы измерения. В количественном анализе обычно выражают концентрацию в молях на литр, а толщину слоя в сантиметрах, тогда a называют ***молярным коэффициентом погашения*** и обозначают буквой ε. При этом выражение (1.36) принимает следующий вид:

$$A = \varepsilon \cdot c \cdot l. \tag{1.39}$$

Уравнение (1.39) является математическим выражением основного закона светопоглощения, или закона Бугера – Ламберта – Бера: количество электромагнитного излучения, поглощенного раствором, пропорционально концентрации частиц и толщине слоя раствора. Его можно представить в экспоненциальной форме:

$$I_1 = I_0 \cdot 10^{-acl}. \tag{1.40}$$

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Однако в количественном анализе более удобна форма (1.39), поскольку в этом случае оптическая плотность прямо пропорциональна концентрации поглощающих частиц. Графически такая зависимость выражается прямой, называемой ***градуировочным графиком***. Очевидно, что коэффициент поглощения a (или ε) при фиксированном значении l является тангенсом угла наклона этой прямой и, следовательно, характеристикой чувствительности метода.

Значение ε отражает способность вещества поглощать свет. Эта способность не безгранична и определяется строением молекулы. Максимально возможное значение ε составляет $\approx 10^5$ л·моль$^{-1}$. Значение ε для каждого вещества можно рассчитать из экспериментальных данных [5].

1.5.2. *Отклонение от закона Бугера – Ламберта – Бера*

Поведение поглощающих свет систем подчиняется закону Бугера – Ламберта – Бера лишь при монохроматичности светового потока, отсутствии химических изменений в поглощающей системе и постоянстве коэффициента преломления. При нарушении этих условий молярный коэффициент поглощения изменяется, и график зависимости A от c искривляется. Если ε уменьшается, наблюдаются отрицательные отклонения, если возрастает – положительные (рис. 5).

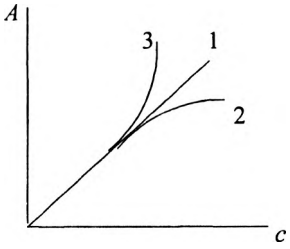


Рис. 5. Зависимость оптической плотности от концентрации: 1 – при подчинении системы закону Бугера –Ламберта – Бера; 2 – при отрицательном отклонении; 3 – при положительном отклонении

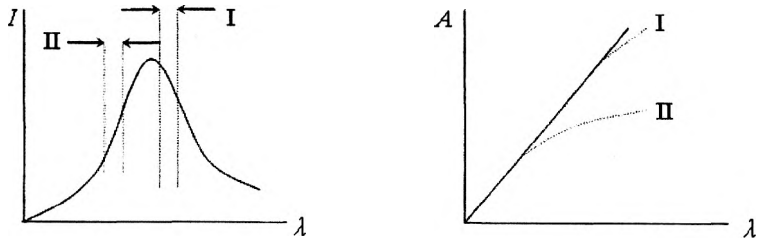
Причины отклонения от основного закона светопоглощения могут быть ***кажущимися*** и ***истинными***. Кажущиеся причины, обусловленные немонохроматичностью светового потока, рассеянием света и случайными излучениями, называют ***инструментальными***, а вызванные химическими воздействиями – ***химическими***. Истинные причины связаны с изменением коэффициента преломления.

Немонохроматичность светового потока обусловлена несовершенством оптических приборов: каждый монохроматор имеет определенную разрешающую силу, и выходная щель пропускает излучение в каком-то интервале длин волн. На рисунке 6 приведен спектр поглощения некоторого вещества с оптической плотностью в максимуме, равной A_{max}. Для интервала волн l светового потока измеренное значение A будет усредненным из всех оптических плотностей в этом интервале и, следовательно, $A_l < A_{max}$. При увеличении интервала измеренное значение A_l будет еще меньше. В результате спектр будет смещен в область меньших значений A. Степень уменьшения A зависит от значения A_{max}. Чем больше кон-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

центрация вещества, тем больше разница между максимальным и усредненным значениями и тем заметнее отклонение от A_{max} (см. рис. 1.6, кривая *I*).



а) б)

Рис. 6. Отрицательные отклонения от закона Бугера – Ламберта – Бера в результате немонохроматичности светового потока:
а – спектр поглощения; б – градуировочный график

Отклонение более заметно, если интервал длин волн *II* приходится на часть спектра с резким изменением *A* (см. рис. 6), из чего следует практический вывод: измерение А лучше всего проводить в максимуме светопоглощения.

Уменьшение *A* будет мало для широкой спектральной полосы с размытым максимумом и велико для узкополосного спектра. Практический вывод: нет необходимости стремиться к очень тонкой монохроматизации, если измеряют *A* растворов соединений с широкой полосой поглощения. В этом случае вполне достаточно простого по конструкции фотоэлектроколориметра с абсорбционными светофильтрами. Если полоса поглощения узка, то следует использовать спектрофотометры.

Химические взаимодействия поглощающего вещества в растворе также являются причиной отклонения от закона Бугера – Ламберта – Бера. Исследуемое вещество может взаимодействовать (протонирование или депротонирование, ассоциация или диссоциация и др.) с растворителем или другими компонентами раствора. В результате появляются поглощающие частицы с другими оптическими свойствами. Отсюда возможны положительные и отрицательные отклонения от основного закона поглощения. Например, в растворе хромата калия устанавливается равновесие:

$$2CrO_4^{2-} + 2H^+ \leftrightarrow 2HCrO_4^- \leftrightarrow Cr_2O_7^{2-} + H_2O.$$

В оптическую плотность этого раствора свой вклад вносит каждая поглощающая форма: непротонированные ионы CrO_4^{2-}, протонированные ионы $HCrO_4^-$ и димеры $Cr_2O_7^{2-}$. При разбавлении или изменении *pH* раствора соотношение форм изменяется, что приводит к изменению вклада каждого вида частиц в общую оптическую плотность.

Истинные ограничения закона светопоглощения связаны с изменением коэффициента преломления среды *n*, а, следовательно, с изменением скорости света и длины волны [5].

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

1.5.3. *Конструкция приборов, применяемых для фотометрического анализа*

Прибор для измерения светопоглощения должен выполнять две основные задачи: 1) разложение полихроматического света и выделение нужного интервала длин волн, 2) измерение поглощения света веществом.

Каждый спектральный прибор включает: источник излучения, устройство для выделения нужного интервала длин волн, монохроматор или светофильтр, кюветное отделение, детектор, преобразователь сигнала (шкалу или цифровой счетчик). Порядок расположения узлов может быть разным, на рисунке 7 показан наиболее типичный.

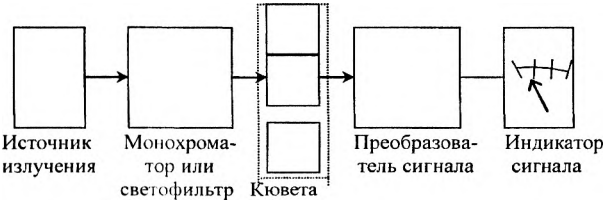


Рис. 7. Основные узлы абсорбционных приборов

В зависимости от исследуемой области спектра используют разные источники, монохроматоры и детекторы. Следует подчеркнуть важность материала, из которого изготовлены оптические детали. Материал не должен поглощать излучение в исследуемой области спектра, т.е. должен быть прозрачным.

В молекулярной абсорбционной спектроскопии в качестве источника в основном используют лампы накаливания, испускающие непрерывное излучение. Для выделения нужной длины волны из непрерывного спектра источника пригодны все типы диспергирующих устройств. В зависимости от способа монохроматизации различают два класса абсорбционных приборов: фотометры и спектрофотометры. В фотометрах используют светофильтры, в спектрофотометрах – призмы и дифракционные решетки.

В абсорбционной спектроскопии измеряют не абсолютное значение оптической плотности, а разность оптических плотностей исследуемого раствора и раствора сравнения, оптическая плотность которого принята за нуль. Кювету с исследуемым раствором называют рабочей, а с раствором сравнения – кюветой сравнения; обе эти кюветы должны быть по возможности идентичными. Основное требование к кюветам – прозрачность в области спектра, в которое ведется измерение оптической плотности. Для работы в видимой области кюветы изготавливают из стекла, а ультрафиолетовой – из кварца. Кюветы бывают прямоугольными и цилиндрическими. На грани кюветы указывают расстояние между внутренними стенками. Обычно каждый оптический прибор снабжен набором кювет толщиной от 0,5 до 5 см (при работе на спектрофотометрах наиболее употребимы кварцевые кюветы толщиной 1 см).

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Для приема сигнала в видимой и УФ-областях обычно применяют сурьмяно-цезиевый (180–650 нм) и кислородно-цезиевый (600–1100 нм) фотоэлементы, а также фотоумножители [5].

1.5.4. *Методы количественного спектрофотометрического анализа*

Визуальный ***метод стандартных серий*** заключается в сравнении окраски раствора неизвестной концентрации определяемого компонента с окраской стандартной серии растворов с известной концентрацией, т.е. с эталонным. Подбирают эталонный раствор, равный или более близкой по интенсивности исследуемому. Если интенсивность исследуемого раствора оказывается промежуточной между двумя соседними эталонами, то его концентрацию оценивают как среднюю между этими эталонами либо для большей точности, готовя новую стандартную серию с меньшими интервалами концентраций эталонов.

Для выполнения определения используют колориметрические пробирки (или цилиндры). Толщина слоя раствора должна быть во всех пробирках одинаковой. При интенсивной окраске растворы рассматривают сбоку, при слабой – сверху пробирки, увеличивая тем самым толщину слоя. Метод стандартных серий прост в исполнении и не требует подчинения растворов закону Бугера – Ламберта – Бера.

Метод градуировочного графика состоит в том, что готовят серию из 4–6 растворов определяемого вещества с известной концентрацией, измеряют их оптическую плотность при одних и тех же длине волны и длине кюветы, строят график зависимости оптической плотности A от концентрации c. Если получается прямая линия (т.е. растворы подчиняются закону Бугера – Ламберта – Бера), можно описать ее уравнением

$$y = a \cdot x + b, \qquad (1.41)$$

где x – концентрация раствора c; y – его оптическая плотность A; a – угловой коэффициент, равный коэффициенту поглощения; b – отрезок на оси оптической плотности, отсекаемый прямой, т.е. значение оптической плотности холостого раствора $A_{хол}$. Следовательно, уравнение градуировочного графика при фотометрических измерениях имеет вид

$$A = \varepsilon \cdot c + A_{хол}. \qquad (1.42)$$

Если значение оптической плотности холостого раствора $A_{хол}$ учитывается при измерении относительно холостого опыта, то уравнение принимает вид (1.19). Значения ε находят методом наименьших квадратов, уравнения (1.20–1.23), который дает возможность оценить погрешности измерений и, следовательно, погрешность определения неизвестной концентрации [5].

1.6. Вопросы для контроля

1. Перечислить правила работы с аналитическими весами.
2. Перечислить правила работы с мерной посудой.
3. Как классифицируют погрешности?
4. Что такое правильность, точность, сходимость, воспроизводимость анализа?

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

5. В чем состоит сущность титриметрического метода анализа?
6. Сформулировать закон эквивалентов.
7. Что такое индикатор, как осуществляется выбор индикатора?
8. Перечислите требования к химическим реакциям, лежащим в основе титриметрических методов анализа.
9. Охарактеризуйте методы объемного анализа по приемам титрования: прямое, обратное, косвенное титрование.
10. Дайте характеристику титриметрическому анализу по типу химических реакций, лежащих в основе титрования.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

2. ЛАБОРАТОРНЫЕ РАБОТЫ

2.1. Определение основных показателей качества воды

Цель данной работы сводится к освоению навыков определения физических и химических показателей воды.

2.1.1. *Определение физических показателей качества воды*

Определение запаха и вкуса воды

Вкусовые свойства воды обусловлены присутствием веществ природного происхождения или веществ, которые попадают в воду в результате загрязнения ее стоками. Подземные воды, содержащие только неорганические растворенные вещества, имеют специфический вкус, который вызван наличием железа, марганца, магния, натрия, калия, хлоридов и карбонатов.

Запах воды вызывают летучие пахнущие вещества, попадающие в нее естественным путем или со сточными водами. В природных водах, содержащих исключительно неорганические вещества, запах может давать только сероводород, присутствующий в некоторых незагрязненных подземных водах. На запах поверхностных вод влияет присутствие в них органических веществ. Загрязнение сточными водами обнаруживается не только появлением их запаха, но и запахом продуктов разложения их компонентов (сероводород, индол, скатол и т.д.). Некоторые виды организмов вызывают специфические запахи, напоминающие, например, запах огурцов (*Synura*), пеларгонии (*Asterionella*), фиалок (*Mallomjnas*), рыбы (*Uroglenopsis*, *Dinobryon*), свинарника (*Anabaena*) и т.п. Равным образом характерный запах воде придают некоторые плесени и актиномицеты.

Запах сточных вод населенных мест, представляющих собой смесь запаха фекалий с запахами разложения жиров, белков, мыла и т.д., является довольно характерным. Он зависит от разложения хозяйственно-бытовых стоков и от того, какие в воде преобладают процессы – окислительные или восстановительные. Сточные воды от термической переработки угля имеют запах фенолов, смолы, сероводорода; сточные воды химической промышленности имеют характерные запахи, зависящие от вида производства, например запах органических соединений: сероуглерода, сложных и простых эфиров, спиртов, органических кислот, азотсодержащих соединений, меркаптанов, ацетилена и т.д.

Запах и вкус природных и сточных вод зависят от температуры, содержания газов, насыщающих воду, химического состава неорганических примесей, содержания органических веществ. По происхождению запахи делятся на 2 группы:

1) запахи естественного происхождения (связаны с наличием живущих в воде организмов, загнивающих растительных и животных остатков и т.д.);

2) запахи искусственного происхождения (обусловлены примесями промышленных сточных вод, реагентами процессов водоподготовки и т.д.).

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Характер и интенсивность запаха определяют органолептически. Вкус и привкус воды также определяют органолептически при отсутствии подозрений на ее загрязненность.

Запахи первой группы определяют по классификации, приведенной в таблице 3. Запахи второй группы классифицируют по наличию соответствующих веществ: фенольный, хлорфенольный (аптечный), камфорный, бензинный, хлорный (запах свободного хлора), запах нефти и нефтепродуктов.

Интенсивность запаха определяют по пятибалльной шкале (табл. 4) – от 0 до 5 – вначале при температуре 15–20 °С, а затем при нагревании воды до температуры 60 °С. Исследуемую воду нагревают в колбе, закрытой часовым стеклом.

Таблица 3

Классификация запахов

Обозначение запаха	Характер запаха	Примерный род запаха
А	Ароматический	Огуречный, цветочный
Б	Болотный	Илистый, тинистый
Г	Гнилостный	Фекальный, сточный
Д	Древесный	Запах мокрой щепы, древесной коры
З	Землистый	Прелый, свежевспаханной земли, глинистый
П	Плесневый	Затхлый, застойный
Р	Рыбий	Рыбьего жира, рыбы
С	Сероводородный	Тухлых яиц
Т	Травянистый	Скошенной травы, сена
Н	Неопределенный	Запахи естественного происхождения, не подходящие под предыдущие определения

Таблица 4

Оценка интенсивности запаха

Балл	Интенсивность запаха
0	Запаха нет
1	Очень слабый (обнаруживается только опытным наблюдателем)
2	Слабый (ощущается потребителем, если обратить его внимание)
3	Заметный (легко замечается)
4	Отчетливый (вода неприятна для питья)
5	Очень сильный (вода непригодна для питья)

Различают четыре вида вкуса: соленый, горький, сладкий, кислый. Остальные виды вкусовых ощущений называют привкусами. Интенсивность вкуса и привкуса, как и запаха, устанавливают по пятибалльной шкале.

Согласно СанПиН 2.1.4.1074–01 запах и вкус очищенной воды, предназначенной для питьевых и хозяйственных целей, при температуре 20 °С не должны превышать 2 баллов; запах и вкус воды для промышленно-технических целей не имеют значения и свидетельствуют лишь о ее загрязнении.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Определение цветности

Тонкие слои чистой воды бесцветны. Толстые – имеют голубоватый оттенок. Другие оттенки свидетельствуют о наличии в воде различных растворенных и взвешенных примесей. Окрашивание воды (цвет) чаще всего обусловлено:

- наличием гуминовых веществ, окрашивающих воду в различные оттенки желтого и бурого цветов;
- присутствием коллоидных соединений железа, которые придают воде оттенки от желтовато-бурого до зеленого (в зависимости от степени окисления);
- присутствием в воде взвешенных частиц (например, глины);
- присутствием окрашенных отходов производства;
- массовым развитием водорослей при цветении водоемов, вследствие чего вода приобретает окраску от желто-бурой (диатомовые водоросли) до темно-зеленой (сине-зеленые и зеленые водоросли);

Цветность воды (интенсивность окрашивания) определяется фотоколориметрическим методом с помощью калибровочного графика или по готовой шкале цветности.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 3–5 см;
- колбы мерные на 100 и 1000 мл;
- пипетки мерные на 1, 5 и 10 мл;
- основной стандартный раствор (раствор I – соответствует цветности 500°);
- разбавленный раствор серной кислоты (раствор II);
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Вода перед определением нужно отфильтровать. Далее приготовить шкалу цветности (стандартные растворы). Для этого в мерных колбах на 100 мл нужно смешать раствор I и раствор II в соотношения, указанных в таблице 5.

Таблица 5

Шкала цветности

Объем раствора I, мл	0	1	2	3	5	10	12	16	20	22	24
Объем раствора II, мл	100	99	98	97	95	90	88	84	80	78	76
Градусы цветности	0	5	10	15	25	50	60	80	100	110	120

Фотометрировать стандартные растворы на фотоэлектроколориметре при длине волны 413 нм и толщине светопоглощающего слоя 3–5 см. Раствором сравнения служит дистиллированная вода. Построить градуировочный график, определить по графику цветность исследуемой воды. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Цветность очищенной водопроводной воды по СанПиН 2.1.4.1074–01 допускается не более 20 град.

Определение температуры

Температура природных вод зависит от их происхождения. Воды подземных источников отличаются постоянством температуры, причем с увеличением глубины залегания вод сезонные колебания температуры уменьшаются. Температура вод открытых водоемов изменяется в зависимости от времени года. Кроме сезонных изменений, температура воды в отдельных местах открытых водоемов может изменяться вследствие протекания процессов гниения и поступления в водоемы подземных вод.

Оптимальная температура воды для питьевых целей 7–11 °С. Такая вода наиболее приятна на вкус.

Реактивы и оборудование:

- ртутный термометр со стоградусной шкалой с ценой деления до 0,1 °С;

Проведение анализа

Нижнюю часть термометра погрузить в воду и через пять минут произвести отсчет показаний по шкале термометра с точностью 0,1 °С. Мениск ртути должен находиться на уровне глаз. Отсчет температуры должен производиться без извлечения термометра из воды с точностью до 0,1 °С.

2.1.2. *Определение химических показателей качества воды*

Активная реакция воды (*pH*)

Активная реакция воды, то есть степень ее кислотности или щелочности характеризуется количественно концентрацией водородных ионов. Отрицательный логарифм концентрации водородных ионов принято обозначать pH. Для химически чистой воды при температуре 22 °С $pH = 7$ – нейтральная реакция, при $pH > 7$ кислая, при $pH < 7$ – щелочная.

Для определения *pH* могут быть использованы два метода: колориметрический и электролитический. Колориметрическое определение используют для бесцветных вод. Этот метод основан на свойстве индикаторов менять свою окраску в зависимости от концентрации водородных ионов.

а) Определение *pH* универсальным индикатором

Для определения *pH* используют индикаторную бумагу, которая представляют собой обычную фильтровальную бумагу, пропитанную раствором того или иного универсального индикатора. Например, универсальная индикаторная бумага рассчитана на определение величины *pH* в интервале от 1 до 10. К каждой пачке индикаторной бумаги обычно прилагается цветная шкала, показывающая окраску бумаги при различных pH.

Пользование индикаторной бумагой очень удобно для грубых, ориентировочных определений pH.

б) Электролитический метод определения pH

Этот метод основан на применении электродов, потенциал которых зависит от

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

концентрации ионов водорода в исследуемом растворе. Определение потенциала электрода производят, измеряя электродвижущую силу (E) концентрационной цепи, состоящей из стандартного электрода с постоянным потенциалом и исследуемого с неизвестным потенциалом, зависящим от концентрации водородных ионов в исследуемом растворе.

Общая щелочность воды

Общая щелочность воды обусловлена суммой содержащихся в воде ионов HCO_3^-, CO_3^{2}, OH^- и других солей слабых кислот, вступающих в реакцию с сильным. Щелочность, обусловленная присутствием сильных оснований (гидратов), называется гидратной. Щелочность, обусловленная присутствием ионов HCO_3^-, CO_3^{2-}, называется бикарбонатной или карбонатной. Для природных вод характерна бикарбонатная щелочность. Щелочность выражается в мг-экв/л. Практически щелочность природных вод соответствует концентрации гидрокарбонатных ионов HCO_3^-, если в воде отсутствуют карбонаты CO_3^{2-}.

Определение общей щелочности основано на реакции образования нейтральных солей при титровании воды соляной кислотой. Ионы оттитровывают соляной кислотой в присутствии индикатора фенолфталеина, они обуславливают щелочность воды по фенолфталеину. При этом протекают следующие реакции:

$OH^- + H^+ \leftrightarrow H_2O$,

$CO_3^{2-} + H^+ \leftrightarrow HCO_3^-$.

Ион HCO_3^- оттитровывают соляной кислотой в присутствии индикатора метилоранжа. При этом происходит реакция

$HCO_3^- + H^+ \leftrightarrow H_2CO_3 \leftrightarrow H_2O + CO_2\uparrow$.

Если щелочность по фенолфталеину равна нулю, то общая щелочность обусловлена только HCO_3^- и равна карбонатной жесткости, так как в природных водах ионы HCO_3^- связаны только с ионами Ca^{2-} и Mg^{2+}.

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба емкостью 250 мл;
- бюретка на 25 мл;
- индикатор метиловый оранжевый;
- индикатор фенолфталеин
- 0,1н раствор HCl.

Проведение анализа

К 100 мл исследуемой воды, отмеренной цилиндром в коническую колбу, прилить 2–3 капли фенолфталеина. Если окраска не появилась, то в ту же колбу добавить 2–3 капли метилоранжа и титровать 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода окраски из соломенно-желтой в оранжевую. Если же окраска по ф/ф появилась, то раствор надо оттитровать соляной кислотой (0,1 н) до исчезновения окраски и затем уже ввести индикатор метилоранж. Суммарное количество кислоты, пошедшее на титрование, и есть общая щелочность воды. Титрование нужно вести на белом фоне.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Общую щелочность воды находят по формуле

$Щ_о = (N \cdot V \cdot 1000) / 100$, мг-экв/л, (2.1)

где V – количество кислоты, израсходованной на титрование 1000 мл воды, мл; N – нормальность раствора кислоты.

Общая жесткость воды

Определение жесткости проводят комплексонометрическим методом с двунатриевой солью этилендиаминтетрауксусной кислоты (прилоном Б, Na_2H_2R).

Титрование проводят в щелочной среде в присутствии индикатора (хромоген черный ЕТ-00, эриохром черный Т, кислотный хром темно-синий, точка эквивалентности при pH ~ 10).

При титровании раствора трилоном Б происходит разрушение комплекса металла с индикатором (Me^{2+}[Ind]) и образование более прочного комплекса металла с трилоном Б:

$Me^{2+}[Ind] + Na_2H_2R \leftrightarrow Na_2[MeR] + Ind + 2H^+$,

где Me – Ca, Mg; R – радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

Условия применимости. Метод применим при минимальной жесткости 0,05 мг-экв/л. При жесткости выше 20 мг-экв/л можно проводить титрование пробы 0,1 н раствором трилона Б. При жесткости от 0,5 до 20 мг-экв/л – 0,05 н. раствором трилона Б и при жесткости менее 0,5 мг-экв/л – применяется раствор концентрации 0,01 н.

Мешающие влияния. Определению жесткости мешают железо, цинк, медь, олово, марганец, так как применяемые индикаторы чувствительны к присутствию данных катионов. Для устранения мешающего влияния в пробу добавляют сульфид натрия, а в случае присутствия марганца – солянокислый гидроксиламин.

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба емкостью 250 мл;
- бюретка на 25 мл;
- буферный раствор (pH=10);
- индикатор (хромоген черный ЕТ-00, эриохром черный Т, кислотный хром темно-синий);
- 0,1 н раствор трилона Б (ЭДТА).

Проведение анализа

Определение общей жесткости. Для анализа взять цилиндром 100 мл пробы исследуемой воды (или меньшее количество при высокой жесткости, доводя объем до 100 мл дистиллированной водой), 5 мл буферного раствора (pH=10) и 0,1–0,2 г индикатора. После перемешивания пробу оттитровать трилоном Б до перехода окраски из винно-красной до синей.

Общую жесткость пробы x, мг-экв/л, вычисляют по формуле:

$x = (N \cdot V \cdot 1000) / 100$, (2.2)

где N – нормальность раствора трилона Б; V – количество раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Определение кальциевой жесткости воды

Ион кальция в щелочной среде при *pH* выше 10 с мурексидом образует соединения, окрашенные в оранжево-розовый цвет. В этих условиях магний не титруется трилоном Б.

Для определения в колбу отбирают цилиндром 100 мл пробы, содержащей не более 15 мг кальция или меньшее количество пробы, разбавленное до 100 мл дистиллированной водой.

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба емкостью 250 мл;
- бюретка на 25 мл;
- 2 н раствор NaOH;
- индикатор мурексид;
- 0,1 н раствор трилона Б (ЭДТА).

Проведение анализа

В коническую колбу емкостью 250 мл внести 100 мл исследуемой воды. Затем прибавить 2 мл 2 н раствора NaOH, на кончике ложечки внести в колбу немного сухого индикатора мурексида и медленно титровать 0,1 н раствором трилона Б при энергичном перемешивании до перехода окраски от красной до лиловой.

Расчет содержания иона Ca^{2+} в воде производят по формуле

$$[Ca^{2+}] = (V \cdot K \cdot N \cdot 1000) / W, \quad (2.3)$$

где V – количество раствора трилона Б в мл, израсходованное на титрование; K – поправочный коэффициент к титру раствора трилона Б; N – нормальность раствора трилона Б; W – объем исследуемой воды в мл.

Определение магниевой жесткости воды

Магниевую жесткость определяют расчетным способом, вычитая результаты определения кальциевой жесткости из общей жесткости.

Содержание ионов магния Mg^{2+} вычисляют по формуле:

$$[Mg^{2+}] = (A - B) \cdot L, \text{ мг/л}, \quad (2.4)$$

где A – общая жесткость воды, мг-экв/л; B – кальциевая жесткость воды, мг-экв/л; L – эквивалент магния, мг/л.

Свободная углекислота

Накопление свободной углекислоты в воде открытых водоемов указывает на неблагоприятные условия течения окислительных процессов, слабую аэрацию и недостаточный фотосинтез. Такая вода обладает высокой агрессивностью – сильным разрушающим действием на бетонные сооружения.

Определение свободной углекислоты производится путем титрования ее едким натром в присутствии фенолфталеина

$$NaOH + CO_2 = NaHCO_3.$$

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба емкостью 250 мл;
- бюретка на 250мл;

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- 0,02 н раствор NaOH;
- индикатор фенолфталеин.

Проведение анализа

К 100 мл исследуемой воды прибавить 3–5 капель фенолфталеина и титровать 0,02 н раствором NaOH.

Конец реакции определяется получением раствора с устойчивой бледно-розовой окраской, соответствующей стандартному раствору. Количество растворенной углекислоты вычисляется по формуле

$$CO_2 = (V_1 \cdot N \cdot 44 \cdot 1000) / V, \text{ мг/л}, \quad (2.5)$$

где V_1 – объем раствора NaOH, идущий на титрование, мл; N – нормальность раствора; V – объем воды, взятой для титрования, мл.

Определение содержания ионов хлора

Хлориды являются составной частью большинства природных вод. Большое содержание хлоридов геологического происхождения в поверхностных водах – явление редкое. Поэтому обнаружение большого количества хлоридов является показателем загрязнения воды бытовыми или некоторыми промышленными сточными водами. В промышленных сточных водах содержание хлоридов зависит от характера производства. Повышение содержания хлоридов в поверхностных водах может служить мерилом загрязнения водоемов сточными водами. Хлориды, сульфаты, карбонаты отвечают за соленость воды. Поддержание определенного осмотического давления и ионного состояния растворов в теле животных обеспечивается сложными механизмами водно-солевого обмена. Для большинства водных организмов осмотическое давление в их теле зависит от концентрации растворенных солей в окружающей воде.

Вследствие большой растворимости хлоридов ионы Cl^- присутствуют практически во всех водах. Концентрация хлоридов в питьевой воде не должна превышать 300 мг/л, поскольку большие количества придают воде горько-соленый привкус.

Содержание в воде ионов хлора определяют титрованием раствором нитрата серебра при наличии индикатора хромата калия K_2CrO_4. При этом могут одновременно протекать две реакции:

$$Cl^- + Ag^+ = AgCl\downarrow,$$

$$2Ag^+ + CrO_4^{2-} = Ag_2CrO_4\downarrow.$$

Если одновременно протекают две реакции с образованием осадков, то сначала образуется менее растворимый осадок (в данном случае AgCl – белый творожистый осадок) и только после того, как он осядет, начинает осаждаться более растворимый осадок (кирпично-красный осадок $Ag_2CrO_4\downarrow$).

Поэтому, завершение реакции связывания ионов хлора в малорастворимый хлорид серебра определяют по появлению кирпично-красной окраски раствора после образования осадка хромата серебра.

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба емкостью 250 мл;

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- бюретка на 25 мл;
- 10 % раствор хромата калия;
- 0,05 н раствор нитрата.

Проведение анализа

100 мл исследуемой воды отобрать цилиндром и внести в коническую колбу на 250 мл, прилить 1 мл 10 % раствора хромата калия и титровать раствором нитрата серебра до появления кирпично-красной окраски. Содержание ионов хлора (x) в исследуемой воде вычисляют по формуле:

$$x = (V_1 \cdot N \cdot Э \cdot 1000) / V, \quad (2.6)$$

где V_1 – объем титранта (азотнокислого серебра); N – нормальность раствора титранта; Э – эквивалент хлора (35,5); V – объем исследуемой воды, взятой на титрование, мл.

Все показатели химического состава воды сводятся в таблицу 6.

Таблица 6

Показатели качества воды

Наименование показателя	Единицы изменения	Количество	Показатели по СанПиН 2.1.4.1074-01
Физические показатели:			
Запах	балл		
Цветность	град		
Химические показатели:			
Активная реакция среды (pH)			
Щелочность общая	ммоль/л		
Жесткость общая кальциевая магниевая	ммоль/л ммоль/л мг/л		
Хлориды	мг/л		

2.2. Вопросы для контроля

1. Способы выражения концентраций растворов. Молярность. Нормальность.
2. Физические показатели качества воды. Их характеристика. Методы определения.
3. Химические показатели качества воды. Их характеристика. Методы определения.
4. Классификация природных вод.
5. Классификация компонентов, входящих в состав природных вод.
6. Требования предъявляемые к воде, используемой для хозяйственно-бытовых и производственных целей.
7. Какие вещества используются в качестве титрантов в кислотно-основном титровании? В соответствии с каким правилом выбирают индикатор для кислотно-основного титрования?

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

8. Что такое кривая титрования, скачок титрования, точка эквивалентности? О чего зависит ход кривой титрования?

9. В чем сущность комплексонометрического титрования? Какие вещества используются для индикации точки эквивалентности при трилонометрическом титровании?

10. Чем определяется жесткость воды? Какие существуют виды жесткости воды?

11. Какими методами анализа проводят определение жесткости воды?

12. Перечислите и охарактеризуйте методы устранения жесткости.

13. В чем сущность титрования по методу осаждения? Рассмотреть данный метод на примере определения хлоридов титрованием нитратом серебра.

2.3. Определение сухого и прокаленного остатка

Сухим остатком называется высушенный при 105 °С остаток, получающийся при выпаривании досуха профильтрованной исследуемой воды. Сухой остаток характеризует содержание минеральных и частично органических примесей, температура кипения которых не превышает 105 °С и которые не разлагаются при указанной температуре.

Реактивы и оборудование:

- фарфоровая чашка;
- мерный цилиндр на 100 мл;
- сушильный шкаф;
- электрическая плитка;
- водяная баня.

Проведение анализа

В прокаленную, охлажденную и взвешенную фарфоровую чашку помещают 50–250 мл анализируемой воды, предварительно профильтрованной. Воду выпаривают на водяной бане досуха. Затем переносят чашку с остатком в сушильный шкаф и высушивают в нем при 105 °С до постоянного веса.

Содержание сухого остатка вычисляют по формуле:

$$x = [(A - B) \cdot 1000] / V, \text{ мг/л}, \qquad (2.7)$$

где A – масса чашки с сухим остатком; мг, B – масса пустой чашки, мг; V – объем анализируемой воды, мл.

Величина прокаленного остатка создает ориентировочное представление о минеральном составе сточных вод. Разность между сухим остатком и прокаленным остатком дает ориентировочные данные содержания органического вещества (потерю при прокаливании, мг/л)

Реактивы и оборудование:

- сушильный шкаф.

Проведение анализа

После определения сухого остатка в этой же пробе определяют потерю веса при прокаливании. Прокаливание ведут очень осторожно при температуре 600–700 °С во избежание потери неорганических веществ до тех пор, пока остаток в

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

чашке не приобретет белый цвет, а при значительном содержании железа не станет буроватым. Прокаленную чашку переносят в эксикатор, охлаждают и взвешивают. Прокаливание повторяют до получения постоянного веса.

Содержание прокаленного остатка вычисляют по формуле:

$$x = [(A - B) \cdot 1000] / V, \text{ мг/л}, \quad (2.8)$$

где A – вес чашки с прокаленным остатком, мг; B – вес пустой чашки, мг; V – объем анализируемой воды, мл.

2.4. Определение окисляемости воды

Окисляемостью называется величина, характеризующая общее содержание в воде восстановителей (неорганических и органических), реагирующих с сильными окислителями. Таким образом, окисляемость – один из показателей степени загрязнения воды органическими веществами и легко окисляющихся неорганических соединений (солей железа, сульфатов, нитратов, сероводорода).

В воде природных и особенно рыбоводных водоемов содержится много различных органических веществ, на окисление которых расходуется значительная часть кислорода, растворенного в воде. Кроме того, органические вещества являются плодотворной средой для развития микробов, в том числе болезнетворных. Очень большое количество органических веществ поступают в водоемы со сточными водами крахмальных заводов, молокозаводов, животноводческих комплексов и ферм.

Следует указать, что окисляемость чистых речных вод 4–8 мг кислорода на 1 литр воды. Вода, используемая для хозяйственных нужд не должна иметь окисляемость выше 3 мг кислорода на 1 литр. Максимальная окисляемость вод рыбоводного хозяйства 10–15 мг кислорода на 1 литр.

Результаты определения окисляемости обычно выражают в мг кислорода, эквивалентного расходу окислителя на 1 л пробы.

Для определения окисляемости природных вод, которые не содержат трудноокисляемые вещества, обычно используют перманганатный метод. Для определения окисляемости сточных вод и поверхностных вод, содержащих трудноокисляемые вещества, рекомендуется бихроматный метод (бихромат-ион более сильный окислитель, чем перманганат-ион).

Соответственно, различают перманганатную и бихроматную окисляемость.

Сущность перманганатного метода (Кубеля)

Метод основан на окислении веществ, присутствующих в пробе воды 0,1 н раствором перманганата калия в сернокислой среде при кипячении.

Перманганат-ион в сильнокислых средах окисляет присутствующие в воде восстановители, восстанавливаясь до двухвалентного марганца:

$MnO_4^- + 8H^+ + 5e \rightarrow Mn^{2+} + 4H_2O$.

Избыток перманганата калия восстанавливается щавелевой кислотой:

$2KMnO_4 + 5H_2C_2O_4 + 3H_2SO_4 + 5e \rightarrow 2MnSO_4 + 10CO_2 + K_2SO_4 + 8H_2O$,

$2MnO_4^- + 5C_2O_4^{2-} + 16H^+ + 5e \rightarrow 2Mn^{2+} + 10CO_2 + 8H_2O$.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Не вступившая в реакцию щавелевая кислота оттитровывается перманганатом калия по приведенному выше уравнению.

Условия применимости метода. Метод применим для определения окисляемости питьевых, поверхностных и малозагрязненных сточных вод. Без разбавления можно определять окисляемость до 10 мг кислорода на литр. Наивысшее допустимое разбавление проб – десятикратное. Пробы консервируют добавлением 2 мл разбавленной (1:2) серной кислоты на каждые 100 мл воды. Пробы питьевых вод надо консервировать, если они не могут быть проанализированы в течение 48 часов после их отбора, пробы поверхностных вод надо консервировать, если анализ их будет проводиться позже, чем через 24 часа; пробы сточных вод и сильно загрязненных поверхностных вод можно не консервировать только в том случае, если их будут анализировать в тот же день, через несколько часов после отбора.

Реактивы и оборудование:

- мерные цилиндра на 25 и 100 мл;
- термостойкие плоскодонные колбы на 250 мл с воронками;
- бюретки на 25 мл;
- электрическая плитка;
- серная кислота (1:3);
- 0,01 н раствор щавелевой кислоты;
- 0,01 н раствор перманганата калия;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

В коническую термостойкую плоскодонную колбу емкостью 250 мл наливают 20 мл исследуемой и 80 мл дистиллированной воды, 5 мл разбавленной серной кислоты (1:3 по объему) и 10 мл 0,01 н раствора перманганата.

В колбу вставляют небольшую воронку и кипятят жидкость в течение 10 мин (от начала кипячения). К горячей окрашенной жидкости добавляют из бюретки 10 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты и горячий обесцвеченный раствор титруют 0,01 н раствором перманганата до слабо-розовой окраски.

Окисляемость x рассчитывают по формуле

$$x = \frac{(V_1 - V_д) \cdot K \cdot 8 \cdot N \cdot 1000}{W}, \qquad (2.9)$$

где V_1 – количество раствора $KMnO_4$, истраченного на титрование, мл; $V_д$ – объем $KMnO_4$, необходимый для окисления дистиллированной воды; K – поправочный коэффициент нормальности перманганата калия; N – нормальность раствора перманганата калия; W – объем воды, взятой для анализа, мл; 8 – эквивалентная масса кислорода, 1000 – пересчет объема на 1 л.

Если раствор при кипячении обесцветился или побурел, необходимо повторить определение с разбавленной пробой. Определение повторяют и тогда, когда перманганата расходуется более 60 % добавленного количества. При титровании разбавленных проб не должно быть израсходовано менее 20 % добавленного перманганата.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

2.5. Определение растворенного кислорода по методу Винклера

Содержащийся в воде растворенный кислород поступает из атмосферного воздуха, а также образуется в результате фотосинтеза водорослями органических веществ (углеводов) из неорганических (H_2CO_3, H_2O). Содержание кислорода в воде уменьшается вследствие протекания процессов окисления органических веществ и потребления его живыми организмами при дыхании.

Определение растворенного в воде кислорода проводят йодометрическим титрованием в присутствии крахмала (метод Винклера). Метод Винклера применим для определения кислорода в природной воде при содержании в воде не более 0,1 мг/л азота нитратов, не более 10 мг/л окисного железа, не более 0,3 мг/л активного хлора и при окисляемости не более 15 мгO_2/л.

Метод Винклера представляет собой йодометрическое титрование, когда о концентрации O_2 судят по количеству выделившегося йода.

В склянку с пробой вводят раствор сульфата или хлорида Mn (II) и щелочной раствор KI. Mn (II) реагирует с KOH, образуя гидроокись марганца (II) $Mn(OH)_2$.

$2KOH + MnCl_2 \rightarrow Mn(OH)_2\downarrow + 2KCl$.

Это осадок белого цвета, неустойчивое соединение, которое легко окисляется растворенным в воде кислородом до марганца (IV) бурого цвета

$2Mn(OH)_2\downarrow + O_2 \rightarrow 2MnO(OH)_2\downarrow$.

Осадок H_2MnO_3 растворяют в соляной или серной кислоте. При этом Mn (IV) восстанавливается до Mn (II) и выделяется свободный йод, в количестве, эквивалентном количеству растворенного кислорода

$MnO(OH)_2 + 2H_2SO_4 + 2KI \rightarrow MnSO_4 + K_2SO_4 + I_2 + 3H_2O$.

Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала:

$I_2 + 2Na_2S_2O_3 \rightarrow 2NaI + Na_2S_4O_6$.

Реактивы и оборудование:

- откалиброванные склянки;
- пипетки на 1 и 2 мл;
- мерный цилиндр на 50 мл;
- бюретка на 25 мл;
- 42,5 %-ный раствор $MnCl_2$;
- HCl концентрированная;
- 0,01 н тиосульфата натрия ($Na_2S_2O_3$);
- 1 %-ный раствор крахмала;
- щелочная смесь.

Проведение анализа

Количество растворенного кислорода определяют в откалиброванных склянках емкостью 150–200 мл. Исследуемую воду налить так, чтобы не оставалось пузырьков воздуха. Склянки взвесить на весах сначала пустые, потом заполненные водой. Разность двух взвешиваний равна весу воды в склянке. Обе склянки калибровать с пробками.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Содержание растворенного кислорода в пробе фиксируют, добавляя в склянки поочередно: 1–2 мл $MnCl_2$ и 1–2 мл щелочной смеси. Пипетки при этом опускают на дно. После фиксации склянку закрыть и перевернуть несколько раз.

После добавления осадителей осадок отстоять 20 минут. После отстаивания пробы осадок растворить, добавляя 2–3 мл концентрированной HCl (кончик пипетки – под поверхностью раствора). Закрыть склянку пробкой и перемешать пробу до полного растворения осадка. Затем отобрать аликвоту 50 мл в коническую колбу и титровать раствором тиосульфата натрия до соломенно-желтой окраски.

После этого добавить 1–2 мл крахмала (появляется синяя окраска) и продолжить титровать тиосульфатом до полного обесцвечивания.

Концентрацию растворенного кислорода рассчитывают по формуле:

$$O_2 = \frac{V \cdot N \cdot K \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2}, \text{ мг/л}, \qquad (2.10)$$

где V – количество тиосульфата, пошедшего на титрование; N – нормальность тиосульфата; K – поправка на нормальность тиосульфата; 8 – эквивалентная масса кислорода; 1000 – пересчет на 1л пробы; V_1 – объем кислородной склянки, мл; V_2 – общий объем реактивов, прибавленных для фиксации кислорода, мл.

2.6. Определение содержания ионов аммония в природных водах

Азотсодержащие вещества: нитриты, нитраты и ион аммония часто относят к санитарным показателям качества воды, так как они, наряду с бактериологическими показателями, свидетельствуют о загрязнении воды хозяйственно-бытовыми сточными водами.

Азотсодержащие вещества образуются в воде главным образом в результате разложения белковых соединений. Поэтому, резкое повышение содержания концентрации азотсодержащих соединений может свидетельствовать либо о чрезмерном развитии водной растительности и планктона в результате сезонного цветения водоема, либо о загрязнении водоема сточными водами. Например, бытовыми стоками, сточными водами содовых, коксобензольных, азотно-туковых и других заводов.

Белковые соединения под воздействием микроорганизмов подвергаются разложению, конечным продуктом которого является аммиак. Поэтому, наличие аммиака всегда вызывает подозрение о загрязнении воды бытовыми сточными водами, фекалиями.

После сброса стоков в водоем, в водоеме развиваются процессы самоочищения: растворенный в воде аммиак при окислении кислородом воздуха под воздействием нитробактерий (*Nitrosomonas* и *Nitrobacter*) постепенно превращается в азотистую:

$$2NH_3 + 3O_2 = 2HNO_2 + 2H_2O,$$

а затем в азотную кислоту:

$$2HNO_2 + O_2 = 2HNO_3.$$

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Первая стадия окисления протекает значительно быстрее, чем вторая. Поэтому, по наличию того или иного азотсодержащего вещества можно судить о моменте загрязнения воды (или о степени сапробности водоема):

- наличие в воде аммиака и отсутствии нитритов свидетельствует о недавнем загрязнении (полисапробная зона);
- наличие и аммиака и нитритов – о том, что с момента загрязнения прошел некоторый промежуток времени, т.к. произошло частичное окисление аммиака с образованием нитритов (мезосапробная зона);
- отсутствие аммиака при наличии нитритов и, особенно, нитратов – что загрязнение воды произошло давно и за это время вода самоочистилась (олигосапробная зона).

Определение содержания в воде азотсодержащих веществ основано на образовании ими окрашенных соединений с различными реактивами.

Ионы аммония и аммиак появляются в грунтовых водах в результате жизнедеятельности микроорганизмов. Так же объясняется присутствие их в питьевых водах, если эти вещества не прибавляли в смеси с хлором при водоподготовке. В поверхностных водах аммиак появляется в небольших количествах, обыкновенно в период вегетации, в результате разложения белковых веществ. В анаэробной среде аммиак образуется при восстановлении органических веществ. Вследствие жизнедеятельности нитрифицирующих бактерий содержание аммиака в водосмах снижается при одновременном образовании нитратов. Повышенное содержание аммиака в поверхностных водах объясняется спуском в них бытовых сточных вод и некоторых промышленных вод, содержащих значительные количества аммиака или солей аммония, являющихся отходами производства.

Метод основан на способности аммиака и ионов аммония образовывать окрашенное в желто-коричневый цвет соединение с реактивом Несслера в присутствии сегнетовой соли. При малых концентрациях аммиака в воде раствор окрашивается в желтый цвет, а при больших – появляется красно-бурый осадок.

Сегнетовую соль $KNaC_4H_4O_6$ прибавляют для предотвращения побочной реакции между ионами Mg^{2+} и гидроксид-ионами (ионы магния всегда присутствуют в воде в некоторых количествах, а ионы OH^- вносятся в раствор с реактивом Несслера):

$$Mg^{2+} + OH^- = Mg(OH)_2\downarrow,$$

поскольку гидроксид магния, осаждающийся в виде белой мути, мешает колориметрическому определению.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 3 см
- мерные колбы на 50 и 1000 мл;
- пипетки;
- основной стандартный раствор ионов аммония (1 мл раствора содержит 1 мг инов аммония);
- 50 %-ный раствор сегнетовой соли (калий-натрий виннокислый);

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- реактив Несслера;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Для построения градуировочного графика приготовить рабочий раствор ионов аммония. Для этого 50 мл основного стандартного раствора разбавить до 1 л дистиллированной водой в мерной колбе. В мерную колбу емкостью 50 мл отобрать аликвоту рабочего раствора ионов аммония (0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0 мл), разбавить до метки дистиллированной водой. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 6 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 50 мл анализируемой воды. Далее к каждому раствору добавить 1 мл раствора сегнетовой соли, перемешать, затем добавить 1 мл реактива Несслера и снова перемешать.

Через 10 мин фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 400–425 нм и длине светопоглощающего слоя 3 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию ионов аммония в исследуемой воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

2.7. Определение содержания нитритов в природных водах

Нитриты являются промежуточным продуктом биохимического окисления аммиака или восстановления нитратов. Их присутствие свидетельствует о фекальном загрязнении воды. В поверхностных водах нитриты быстро переходят в нитраты. Они присутствуют в концентрациях от нескольких микрограммов до десятых долей миллиграмма в 1 л. В большем количестве они находятся в некоторых промышленных и биологически очищенных сточных водах. Вследствие нестойкости нитритов их надо определять сразу же после отбора проб.

Наиболее простой способ определения содержания нитритов – определение с реактивом Грисса. Реактив Грисса представляет собой смесь растворов сульфаниловой кислоты и α-нафтиламина. Эти растворы при отсутствии нитритов между собой не реагируют, а в их присутствии образуют соединение красно-фиолетового цвета. Причем интенсивность окраски пропорциональна концентрации нитрит-иона.

Окраска раствора с течением времени усиливается, поэтому оптическую плотность измеряют через определенный промежуток времени. Протекание процесса зависит от кислотности среды. Оптимальное значение *pH* находится в интервале 1,7–3,0. Чувствительность метода составляет 0,003 мг/л. При $\lambda = 520$ нм молярный коэффициент поглощения составляет 4,0 л/см·моль. Анализируемый раствор не должен содержать окислителей, восстановителей, окрашенных веществ, мочевины и алифатических аминов, так как последние могут вступать в реакцию с нитритами.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектрокалориметр;
- кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 5 см;

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- мерные колбы на 50 и 1000 мл;
- пипетки;
- основной стандартный раствор нитрит–ионов (1 мл раствора содержит 1 мг нитрит-ионов);
- реактив Грисса;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Для построения градуировочного графика приготовить рабочий раствор нитрит-ионов. Для этого 1 мл основного стандартного раствора разбавить до 1 л дистиллированной водой в мерной колбе. В мерную колбу емкостью 50 мл отобрать аликвоту рабочего раствора нитрит-ионов (0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 мл), разбавить до метки дистиллированной водой. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 7 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 50 мл анализируемой воды. Далее к каждому раствору добавить 2 мл реактива Грисса и перемешивать.

После 40 мин выдержки при комнатной температуре (или 10 мин на водяной бане) фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 520 нм и длине светопоглощающего слоя 5 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию нитритов в исследуемой воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

2.8. Определение содержания нитратов в природных водах

Нитраты встречаются почти во всех видах вод. В поверхностных и родниковых водах количество их незначительно. Однако в некоторых родниковых водах концентрация нитратов высока. Большое количество нитратов указывает иногда на загрязнение в прошлом фекальными водами. Определение нитратов в грунтовых водах служит оценкой характера процессов минерализации при фильтровании воды через почвенные слои. При исследовании поверхностных вод по содержанию нитратов можно судить о протекающих процессах самоочищения, а при биологической очистке сточных вод – о процессе нитрификации. Некоторые промышленные сточные воды содержат значительные количества нитратов.

Определение основано на реакции между салициловой кислотой и нитрат-ионами с образованием нитропроизводных салициловой кислоты, которые в щелочной среде окрашены в желтый цвет.

Мешающие влияния. Определению мешает ион хлора, если его массовая концентрация превышает 500 мг/дм^3, и железо, если его массовая концентрация превышает 0,5 мг/дм^3. Для устранения мешающего влияния ионов хлора воду разбавляют. Для устранения влияния железа – добавляют сегнетову соль.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 2 см;

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- фарфоровая чашка;
- стеклянная палочка;
- пипетки на 1 и 10 мл;
- мерная колба на 50 мл;
- мерный цилиндр на 25 мл;
- электрическая плитка;
- водяная баня;
- стеклянная палочка;
- основной стандартный раствор нитрат-ионов (1 мл раствора содержит 0,1 мг нитрат-ионов);
- 0,5 %-ный раствор салицилата натрия;
- концентрированная серная кислота;
- 10 н раствор гидроксида натрия;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Для построения градуировочного графика приготовить рабочий раствор нитрат-ионов. Для этого 10 мл основного стандартного раствора разбавить дистиллированной водой в 10 раз. Отобрать аликвоту рабочего раствора нитрат-ионов (0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 10,0 мл), разбавить дистиллированной водой до 10 мл. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 7 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 10 мл анализируемой воды. Далее к каждому раствору добавить 1 мл салицилата натрия, выпарить в фарфоровой чашке на водяной бане досуха. Сухой остаток охладить, добавить 1 мл концентрированной серной кислоты, тщательно растереть его стеклянной палочкой и оставить на 10 мин. Добавить 5–10 мл дистиллированной воды и перенести в мерную колбу на 50 мл. Прибавить 7 мл 10 н раствора NaOH, довести объем дистиллированной водой до метки и перемешать.

Фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 410 нм и длине светопоглощающего слоя 2 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию нитратов в исследуемой воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

2.9. Определение содержания фосфатов в природных водах

Природные воды содержат небольшое количество фосфатов, обычно не превышающее десятых долей – 1 мг/л.

Метод основан на гидролизе полифосфатов в кислой среде, при котором они переходят в растворенные ортофосфаты, определяемые колориметрическим методом в виде фосфорномолибденового комплекса, окрашенного в синий цвет. В отдельной пробе определяют ортофосфаты, первоначально бывшие в воде, содержание которых вычитают из результата, полученного при определении полифосфатов. Чувствительность метода составляет – 0,01 мг/л. Объем пробы воды для

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

определения содержания полифосфатов должен быть не менее 500 мл. Пробы воды отбирают в хорошо выщелоченные склянки с притертыми пробками.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной рабочего слоя 3 см;
- электрическая плитка;
- фильтр «синяя лента»;
- колбы мерные 50, 100 и 1000 мл;
- мерный цилиндр на 50 мл;
- пипетки;
- стаканы стеклянные лабораторные;
- основной стандартный раствор фосфатов (1 мл раствора содержит 0,5 мг фосфатов);
- кислый раствор аммония молибденовокислого (реактив I);
- слабокислый раствор аммония молибденовокислого (реактив II);
- 37 %-ный раствор серной кислоты;
- основной раствор олова двухлористого;
- дистиллированная вода.

Мешающие влияния

Определению мешают железо при концентрации, превышающей 1 мг/л, растворимые силикаты более 25 мг/л, нитриты. Влияние железа и силикатов устраняется соответствующим разбавлением исследуемой воды.

Проведение анализа

Определение ортофосфатов.

Для построения градуировочного графика приготовить II рабочий раствор фосфат-ионов. Для этого вначале нужно приготовить I рабочий раствор – 10 мл основного стандартного раствора довести до 1 л дистиллированной водой. Затем 50 мл I рабочего раствора разбавить до 250 мл дистиллированной водой в мерной колбе. В мерную колбу емкостью 50 мл отобрать аликвоту II рабочего раствора фосфат-ионов (0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 мл), разбавить до метки дистиллированной водой. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 6 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 50 мл анализируемой воды, профильтрованной через плотный бумажный фильтр «синяя лента»). Далее к каждому раствору добавить 1 мл молибденовокислого аммония (реактив I, кислый раствор), перемешать и через 5 мин внести 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова (2,5 мл основного раствора двухлористого олова разбавить до 10 мл дистиллированной водой) и снова перемешать.

Через 10–15 мин фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 690–720 нм и длине светопоглощающего слоя 3 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию ортофосфатов в исследуемой воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги,
диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Определение полифосфатов. К 100 мл исследуемой воды, профильтрованной через плотный бумажный фильтр, или к меньшему объему, доведенному да 100 мл дистиллированной водой, добавляют 2 мл 37 %-ного раствора серной кислоты и кипятят 30 мин. Объем исследуемой воды поддерживают добавлением дистиллированной воды в пределах 50–90 мл. После охлаждения раствора переносят его в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят объем дистиллированной водой до метки. Добавляют 1 мл слабокислого раствора молибденовокислого амммония (реактив II), перемешивают и через 5 мин приливают 0,1 мл рабочего раствора двухлористого олова, затем снова перемешивают. Через 10–15 мин фотометрируют раствор в кювете 3 см.

Содержание полифосфатов (x), мг/л, определяют по формуле

$$x = (d \cdot 100) / V, \qquad (2.11)$$

где d – содержание полифосфатов, найденное по калибровочному графику, мг/л; 100 – приведение объема исследуемой воды к 100 мл; V – объем исследуемой воды, взятый для определения, мл.

2.10. Определение содержания сульфат-ионов

Главным источником сульфат-ионов в поверхностных водах являются процессы химического выветривания и растворения серосодержащих минералов, в основном гипса, а также окисления сульфидов и серы. Значительные количества поступают в водоемы в процессе отмирания организмов и окисления наземных и водных веществ растительного и животного происхождения и с подземным стоком.

Сульфат-ионы выносятся со сточными водами предприятий, с бытовыми стоками и водами, выносимыми с сельскохозяйственных угодий.

В речных водах содержание сульфат-ионов колеблется от 5 до 60 мг/л. Повышенное содержание ухудшает органолептические свойства воды и оказывает физиологическое воздействие на организм. ПДК сульфат-ионов в природных водах составляет 500 мг/л.

Реактивы и оборудование:

- фильтр «синяя лента»;
- мерный цилиндр на 100 мл;
- коническая колба на 250 мл;
- электрическая плитка;
- сушильный шкаф;
- индикатор метиловый оранжевый;
- 0,1 н соляная кислота;
- 10 %-ный раствор хлорида бария;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Пробу отфильтровать на фильтре «синяя лента». Поместить 100 мл пробы исследуемой воды в коническую колбу, добавить 2–3 капли индикатора метиловый оранжевый, затем по каплям добавить соляную кислоту 0,1 н до появления слабо-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

розовой окраски. Пробу прокипятить. В горячий раствор добавить по каплям 2–5 мл 10 %-ного раствора $BaCl_2$. Образуется осадок. Пробу отстоять. После отстаивания добавить 1–2 капли $BaCl_2$ для проверки полного растворения осадка. На следующий день проба фильтруется и промывается горячей водой и раствором. Прокаленный фильтр взвешивается. Содержание сульфат-ионов определяется по формуле:

$$x = (a \cdot 0{,}4116 \cdot 1000) / 100, \text{ мг/мл}, \quad (2.12)$$

где a – масса прокаленного осадка, мг.

2.11. Определение общего железа в природных водах

Железо почти всегда присутствует в природных водах, так как оно повсеместно рассеяно в горных породах. Наибольшие концентрации железа (до нескольких десятков и сотен мг/л) наблюдается в подземных водах. Повышенное содержание железа наблюдается также в болотных водах. Содержание железа в поверхностных водах суши составляет десятые доли мг/л, вблизи болот – единицы мг/л. Повышенное содержание железа (более 1 мг/л) ухудшает качество воды и возможность ее использования для питьевых и технических целей.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной рабочего слоя 3 см;
- мерные колбы на 50 мл;
- пипетки;
- основной стандартный раствор ионов железа (III) (1 мл раствора содержит 1 мг железа);
- 10%-ный раствор сульфосалициловой кислоты;
- 10%-ный раствор аммиака;
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

Для построения градуировочного графика приготовить рабочий раствор ионов железа (III). Для этого 5 мл основного стандартного раствора разбавить до 50 мл дистиллированной водой в мерной колбе. В мерную колбу емкостью 50 мл отобрать аликвоту рабочего раствора ионов железа (III) (0; 0,1; 0,2; 0,5; 0,7; 1,0; 2,0 мл), разбавить до метки дистиллированной водой. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 6 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 50 мл анализируемой воды. Далее к каждому раствору добавить 5 мл раствора сульфосалициловой кислоты, 5 мл 10%-го аммиака, тщательно перемешать растворы после прибавления каждого реактива.

Через 10 мин фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 440 нм и длине светопоглощающего слоя 3 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию железа общего в исследуемой воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

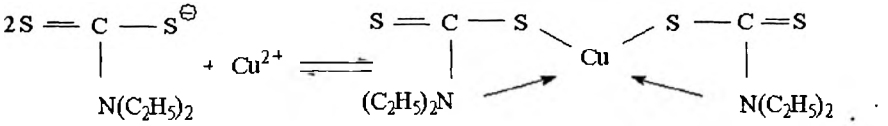
https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

2.12. Фотометрический анализ меди с диэтилдитиокарбаматом натрия

Метод определения меди с диэтилдитиокарбаматом натрия (ДЭТК Na) основан на взаимодействии ионов меди Cu^{2-} с ДЭТК Na с образованием диэтилдитиокарбамата меди (ДЭТК Cu). При малых концентрациях ДЭТК Cu образует коллоидные растворы, для большей устойчивости которых добавляют раствор крахмала.

В основе метода лежит реакция:



Для устранения мешающего влияния железа и жесткости воды добавляют раствор сегнетовой соли.

Содержание меди в питьевой воде согласно СанПиН 2.1.4.1074 – 01 [6] не должно превышать 1 мг/л.

Реактивы и оборудование:

- фотоэлектроколориметр;
- кюветы с толщиной светопоглощающего слоя 5 см;
- пипетки;
- колбы мерные на 50 и 1000 мл;
- основной стандартный раствор меди (1 мл раствора содержит 0,1 мг ионов меди);
- 0,1 %-ный раствор диэтилдитиокарбамата натрия (ДЭТК Na);
- аммиак водный (1:4);
- кислота соляная (1:1);
- 50 %-ный раствор сегнетовой соли (калий-натрий виннокислый);
- 0,25 %-ный раствор крахмала:
- дистиллированная вода.

Проведение анализа

По правилам отбора воды для анализа на содержание тяжелых металлов отобрать пробу водопроводной воды.

Для построения градуировочного графика приготовить рабочий раствор меди разбавлением основного стандартного раствора в 10 раз. В мерную колбу емкостью 50 мл отобрать аликвоту рабочего раствора меди (0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0 мл), разбавить до метки дистиллированной водой. Перелить в пронумерованные емкости. Так последовательно приготовить раствор сравнения (аликвота 0 мл) и 6 стандартных растворов. В отдельные две емкости отобрать по 50 мл анализируемой воды. Далее к каждому раствору добавить 1–2 капли соляной кислоты (1:1), 1 мл 50%-ного раствора сегнетовой соли, 5 мл аммиака (1:4), 1 мл 0,25%-ного свежеприготовленного раствора крахмала и 5 мл 0,1%-ного раствора диэтилдитиокарбамата натрия.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

Фотометрировать растворы относительно раствора сравнения при длине волны 430 нм и длине светопоглощающего слоя 5 см.

Построить градуировочный график, определить по графику концентрацию меди в водопроводной воде. Произвести статистическую обработку и записать результат с доверительным интервалом.

По окончании работы сделать вывод о соответствии анализируемой воды СанПиН 2.1.4.1074 – 01.

2.13. Определение гидролитической кислотности почвы

Почва – поверхностный, плодородный слой земной коры, созданный под совокупностью влияния внешних условий: тепла, воды, воздуха, растительных и животных организмов, особенно микроорганизмов. Живые организмы способствуют развитию основного слоя почвы – плодородия. Плодородием называется способность обеспечивать растения необходимым количеством питательных элементов, воды и воздуха. Он складывается в ходе почвообразовательного процесса и воздействия человека на почву.

Почва – весьма сложная открытая система, находящаяся в постоянных обменных взаимодействиях с другими элементами биосферы, зависящая от состояния и, оказывающая весьма существенное влияние на сопряженные элементы биосферы. Почва находиться под постоянным прессом воздействия климата и погоды, флоры и фауны, а в современных условиях порой испытывает запредельное воздействие антропогенных нагрузок.

Почва представляет довольно сложную полидисперсную трехфазную систему, включающую твердую (минеральные частицы), жидкую (почвенная влага) и газообразную фазы. Соотношение этих трех составляющих определяет основные физические свойства почвы как среды обитания живых организмов. Химические же свойства помимо минеральных почвенных элементов сильно зависят от органического вещества, также являющегося неотъемлемой составной частью почвы [1].

Минеральные компоненты почвы. Большинство минеральных компонентов поступает в почву в результате выветривания и разрушения материнской породы. Иногда содержание минеральной основы может возрастать за счет частиц, приносимых ветром или водными потоками. Минеральные компоненты, составляющие, как правило, 50–90 % объема почвы, представляют собой частицы песчаной, алевритовой и глинистой размерности. Структура и состав почвы зависят главным образом от количественных соотношений этих фракций.

Тип почвы зависит от состава материнской породы. Например, граниты, песчаники и богатые кварцем метаморфические породы образуют, как правило, тощие песчаные почвы, в то время как на глинистых отложениях, а так же на лавах основного и среднего состава формируются более тонкозернистые и более плодородные почвы. Известняки в природных условиях легко подвергаются растворению; в этом по существу и заключается химическое выветривание данных пород. При их разрушении образуется небольшой объем почвы, а в ряде случаев от значительной массы известняка остается лишь маломощный слой глинистых почв,

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

сформировавшийся из содержащихся в известняках терригенных примесей. В процессе разрушения ультраосновных пород и над рудными месторождениями возникают аномальные почвы, в которых концентрация отдельных металлов может достигать токсичного уровня [1].

Органические вещества почвы. Огромная масса растительных и животных остатков, ежегодно поступающая в почву, энергично перерабатывается почвенными животными и микроорганизмами. В результате этого образуются органические гумусовые соединения. Различный состав остатков, неодинаковая направленность микробиологической деятельности, разнообразные водные и тепловые условия – все это способствует формированию сложного комплекса *гумусовых соединений.*

Большая часть веществ, входящих в состав отходов организмов и продуктов их отмирания, представлена высокомолекулярными органическими соединениями. Их макромолекулы могут состоять из тысячи и более атомов. Образование гумусовых соединений – это не просто разложение мертвого органического вещества на более простые. Одновременно с расщеплением крупных молекул происходит синтез новых, очень сложно построенных соединений. Гумусовые вещества имеют не менее сложное строение, чем многие составные части живого вещества – жиры, углеводы и даже белки. Структура гумусовых соединений до конца еще не выяснена.

В гумус сконцентрирован основной резерв элементов минерального питания растений. В нем содержится много азота, фосфора, калия, серы, кальция и др.

Высокомолекулярные гумусовые соединения недоступны для растений, но в результате микробиологической деятельности они разрушаются и образуются такие, которые могут усваиваться растениями.

Среди гумусовых веществ особо важное значение имеют две группы сложных органических кислот. Первая группа представлена так называемыми *фульвокислотами,* которые хорошо растворяются в воде. Соли этих кислот – фульваты металлов – хорошо растворяются и легко вымываются из почвы.

Кислоты второй группы – *гуминовые* – плохо или совсем не растворяются в воде, хотя хорошо растворимы в щелочах. Они менее активны по сравнению с фульвокислотами. Но также образуют соединения с катионами (преимущественно с двухзарядными). Эти соединения – гуматы – слабоподвижны, с трудом вымываются и накапливаются в почве в виде коллоидных сгустков, склеивающих мелкие минеральные частицы. Поэтому почвы, в которых образуются гуминовые кислоты и гуматы, имеют черный цвет и содержат сравнительно много гумуса. Например, в черноземных преобладают гуматы, поэтому содержание в них гумуса 8-10 %, а бывает и больше. В почвах же, в которых образуются фульвокислоты и фульваты, гумусовых соединений мало, так как они легко вымываются. Такие почвы имеют светло-серый цвет, например дерново-подзолистые, широко распространенные на территории Нечерноземья.

Большое количество фульвокислот способствует повышению кислотности почвенных вод. Известно, что кислоты диссоциируют с выделением положительно заряженного иона водорода. Концентрация ионов в почвенных водах возраста-

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

ет по мере увеличения фульвокислот и уменьшается с увеличением гуматов в составе гумуса.

Так, например, дерново-подзолистые почвы характеризуются кислой реакцией (pH от 5 до 6), а черноземы нейтральной и слабощелочной (pH от 6,5 до 7,5). Кислые почвы, содержащие фульвокислоты, сильно выщелочены, из них вынесены наиболее подвижные химические элементы. В почвенных водах основной катион – H^+.

Нейтральные и слабощелочные почвы, в гумусе которых преобладают гуминовые кислоты и их соли, слабо выщелочены и содержат многие подвижные ионы. В воде, находящейся в таких почвах, катионов водорода меньше, чем катионов одно- и двухвалентных металлов. Особенно много катионов кальция, которые часто выпадают в осадок в виде карбоната кальция. В кислой воде это соединение быстро растворяется [1].

Кислотность почв. По формам проявления кислотных свойств почв принято различать актуальную и потенциальную кислотность.

Актуальная кислотность характеризуется концентрацией ионов водорода в почвенном растворе.

Степень кислотности почвенных растворов, вытяжек и суспензий оценивают величиной pH. Количественно кислотность определяют по содержанию титруемых кислотами (HCl) веществ, обладающих щелочными свойствами.

На практике чаще измеряют *pH* водной вытяжки или водной суспензии, а не *pH* почвенных растворов. Кислотность почвенных растворов связана с присутствием в почвах свободных органических (главным образом гумусовых) и неорганических (преимущественно угольной) кислот и других органических и минеральных соединений, способных оказывать влияние на кислотно-основное равновесие в почвенных растворах. Среди таких органических компонентов почв следует назвать соединения, содержащие фенольные OH^- группы, а среди минеральных компонентов — соединения, содержащие катионы Al^{3+} и Fe^{3+}, кислотные свойства которых соизмеримы с кислотными свойствами таких кислот, как угольная и уксусная.

Потенциальную или обменную кислотность почв принято определять при воздействии на почву растворов хлорида калия (обычно 1 н раствор KCl). Гидролитическую кислотность определяют при воздействии щелочной соли, например ацетата натрия (обычно 1 н раствора CH_3COONa).

Обменную кислотность оценивают по величине *pH* солевой вытяжки. Для количественного определения кислотности солевую вытяжку титруют раствором щелочи.

В случае обработки почвы раствором KCl возможны следующие реакции обмена катионов почвенно-поглощающего комплекса:

$$ППК–H^+ + KCl^- \rightarrow ППК–K^+ + HCl, \quad (2.13)$$

$$ППК–Al^{3+} + 3KCl \rightarrow ППК–K^+_3 + AlCl_3. \quad (2.14)$$

В дальнейшем, при титровании солевой вытяжки раствором NaOH, в реакцию вступают HCl и $AlCl_3$:

$$HCl + NaOH \rightarrow NaCl + H_2O, \quad (2.15)$$

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

$AlCl_3 + 3NaOH \rightarrow 3NaCl + Al(OH)_3$. (2.16)

Ионы Al^{3+}, выделенные из почвенно-поглощающего комплекса в раствор, оказывают влияние на степень кислотности, поскольку в водных фазах образуются ионы $Al(OH)_2^+$ и $Al(OH)^{2+}$.

Процесс ионного обмена, протекающий при обработке почвы раствором CH_3COONa, можно представить уравнением:

$ППК–H^+ + CH_3COONa \rightarrow ППК–Na^+ + CH_3COOH$. (2.17)

Уксусная кислота, образующаяся в этом случае, как известно, значительно слабее, чем соляная, выделяющаяся при обработке почв растворами KCl. Поэтому процесс обмена по реакции (2.17) протекает более глубоко, чем по реакции (2.13), и величина гидролитической кислотности всегда выше, чем величина обменной кислотности. Значения *pH* водной вытяжки после обработки почвы 1 н раствором CH_3COONa обычно находятся в интервале 6,2–7,5 в отличие от *pH* 3,0–6,5, характерного для случая обработки почв раствором KCl. Интервал *pH* 6,2–7,5 соответствует области минимальной растворимости $Al(OH)_3$, поэтому, хотя Al^{3+} и оказывает влияние на величину гидролитической кислотности и участвует в обмене катионов, в водной вытяжке, полученной при обработке почв раствором CH_3COONa, соединений алюминия практически нет.

Работами Д.Л. Аскинази, Н.П. Ремезова, Д.Н. Прянишникова было доказано, что принципиального различия между гидролитической и обменной кислотностью нет [1]. Изучение природы потенциальной кислотности почв имеет не только важное теоретическое или познавательное значение, но от решения этого вопроса зависит и правильный выбор приемов борьбы с почвенной кислотностью.

Как показали экспериментальные исследования, для почв характерен самопроизвольный переход от насыщения катионами H^+ к насыщению Al^{3+}. В ходе закисления не все почвы одинаково выделяют токсичные ионы Al^{3+}, так как не все почвы содержат одинаковое количество минералов, содержащих алюминий. Это связано также с различным значением *pH* у различных почв [2].

Большой ущерб почвам наносят антропогенные кислотные загрязнения. В течение десятилетий кислотные загрязнения действуют на буферную емкость почвы. В отношении многих почв отмечается вымывание ионов, важных для питания растений. Попадающие в почву протоны замещают катионы, сорбционно связанные с коллоидными частицами почвы, и в результате эти катионы мигрируют в глубинные слои, становясь недосягаемыми для корней деревьев. Поэтому, даже если *pH* почвы остается постоянным, плодородие почвы падает. Продолжающееся закисление почвы можно определить, например, по понижению концентрации ионов Fe^{2+} и Mg^{2+}.

Независимо от выделения ионов Al^{3+} и других катионов, в том числе и тяжелых металлов, изменение *pH* почвы может сказываться на ее свойствах и иным образом. Например, снижение *pH* препятствует развитию микроорганизмов так же, как это происходит в несозревших гумусовых почвах. К подобным организмам относятся некоторые грибы, которые способствуют усвоению минеральных веществ корнями растений. Ощутимым результатом разрушения микроорганизмов в почве является нарушение ее нормального дыхания. Низкие значения *pH*

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

способствуют присоединению анионов к железосодержащим коллоидным частицам в почве, так как протоны сообщают комплексам положительный заряд. У фосфатов возможен обмен их кислотных остатков с ОН-группами на поверхности коллоидных частиц, при этом фосфатные остатки связываются, и дальнейшее усвоение фосфора растениями становится невозможным.

Все изменения состава почвы, связанные с увеличением ее кислотности, подавляют рост растений. Этот эффект характерен не только для лесных пород, он проявляется также и у культурных растений [3].

Методика отбора проб и определения гидролитической кислотности

При контроле и изучении качества и степени загрязненности объектов окружающей среды первым этапом является отбор проб. Главная задача при любом анализе – отбор представительной пробы, то есть наибольшей части анализируемого материала, средний состав и свойства которой максимально приближаются к среднему составу и свойствам всего анализируемого объекта.

Берут пробы в 3-х точках, расположенных по возможности по диагонали (с учетом некоторых поправок на произведенные на участке посадки). В каждой выбранной точке отбирают шпателем первичную объединенную пробу из одного горизонта в 5-ти точках методом конверта (четыре точки в углах площадки и одна в центре) из прикопок в пределах одного слоя на глубине 10–20 см. Объединенная проба по массе составляет 1–1,2 кг и состояла из точечных проб массой 200–250 г.

Пробы почвы рассыпают на презенте, перемешивают, разравнивают в виде прямоугольника и делили диагоналями на 4 части в виде треугольников (метод конвертов). Почву из двух противоположных частей отбрасывают, а остальные две части снова перемешивают и разравнивают, после чего выбрасывают две другие части и так делают до тех пор, пока не останется объединенная средняя проба всего участка массой 1 кг. Такая проба соответствует составу почвы на данном участке [4, 5]

Пробу пронумеровывают, регистрируют в журнале и заполняют сопроводительный талон, в котором указывают место отбора, дату и время отбора пробы. Транспортируют и хранят пробу в матерчатом мешочке. Пробу высушивают до воздушно-сухого состояния в лаборатории, растирают в ступке и просеивают через сито с диаметром ячеек 3 мм. Далее производят анализ проб.

Гидролитическая кислотность проявляется при взаимодействии почвы с ацетатом натрия

$$ППК–H_2 + 2CH_3COONa \rightarrow ППК–Na_2 + 2CH_3COOH.$$

Выделившуюся уксусную кислоту титруют щелочью с использованием фенолфталеина или тимолфталеина.

Реактивы и оборудование:

- мерный цилиндр на 100 мл;
- автоматическая мешалка;
- коническая колба на 250 мл;
- бюретка на 25 мл;
- 1,0 н раствор ацетата натрия;

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

- индикатор фенолфталеин;
- 0,1 н раствор гидроксида натрия.

Проведение анализа

40 г воздушно-сухой почвы поместить в колбу ёмкостью 250 мл, добавить 100 мл 1,0 н раствора ацетата натрия, закрывают пробкой и взбалтывают в течении 1 часа. Затем фильтруют через фильтр «белая лента», первые 10–20 мл фильтрата отбрасывают. 50 мл прозрачного фильтрата помещают в колбу для титрования, прибавляют 2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором щелочи до слабо розовой окраски. Величина гидролитической кислотности (мг-экв/100 г) рассчитывается по формуле

$$ГК = N \cdot V \cdot t \cdot 1{,}75, \qquad (2.18)$$

где N – нормальность NaOH; V – объем NaOH, мл; $t = 5$ – фактор аликвотирования; 1,75 – коэффициент, который показывает, что при однократной обработке ацетатом натрия поглощенные ионы H^+ вытесняются не полностью.

2.14. Вопросы для контроля

1. Как осуществляют отбор проб водных объектов окружающей среды? Какие существуют виды проб?
2. Сформулируйте основной закон светопоглощения. Каковы причины отклонения от основного закона светопоглощения?
3. В чем состоит сущность метода спектрофотометрического анализа? Перечислить основные характеристики метода и способы их определения. Какие приемы количественного спектрофотометрического анализа Вам известны?
4. Какова конструкция приборов, используемых в спектрофотометрическом анализе?
5. В чем состоит сущность МНК? Как он используется при обработке данных спектрофотометрического анализа?
6. Запишите уравнения химических реакций, лежащих в основе методов определения различных показателей воды. Объясните, что происходит в системе при добавлении каждого реагента.
7. Оцените нижний предел обнаружения вещества по калибровочному графику для спектрофотометрических методов.
8. Что такое спектр? Чем обусловлена окраска веществ? Что обеспечивает окраску раствора при определении различных показателей воды?
9. Перечислите мешающие вещества при определении показателей воды и способы их удаления.
10. Как осуществляется отбор и подготовка проб почвы?
11. Понятие гидролитической и обменной кислотности.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Васильев, В.П. Аналитическая химия: учебник для хим.-технол. специальностей вузов / В.П. Васильев. – М.: Высш. шк., 1989. – Ч. 1. – 320 с.

2. Золотов, Ю.А. Основы аналитической химии: учебник для вузов / Ю.А. Золотов, Е.Н. Дорохова, В.И. Фадеева. – М.: Высш. шк., 1999. – Ч. 1. – 352 с.

3. Крешков, А.П. Курс аналитической химии: учебник для хим.-технол. специальностей вузов / А.П. Крешков, А.А. Ярославцев. – М.: Химия, 1968. – Кн. 2. – 384 с.

4. Дерффель, К. Статистика в аналитической химии: монография / К. Дерффель. – М.: Мир, 1994. – 414 с.

5. Булатов, М.И. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа: учебное пособие / М.И. Булатов, И.П. Калинкин. – Л.: Химия, 1986. – 325 с.

6. СанПиН 2.1.4.1074 – 01. Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества.

7. Орлов Д.С. Химия почв: учебник для вузов / Д.С. Орлов, Л.К. Садовникова, Н.И. Суханова. – М.: Высш. шк., 2005. – 558 с.

8. Тарасова, Н.П. Задачи и вопросы по химии окружающей среды: учебное пособие для вузов / Н.П. Тарасова, В.А. Кузнецов, Ю.В. Сметанников. – М.: Мир, 2002. – 368 с.

9. Фелленберг, Г. Загрязнение природной среды. Введение в экологическую химию: монография / Г. Фелленберг. – М.: Мир, 1997. – 232 с.

10. ГОСТ 17.4.3.01 – 83. Почвы Общие требования к отбору проб. – М.: Изд. Стандартов, 1983.

11. ГОСТ 17.4.4.02 – 84 Охрана природы. Почвы. Методы отбора и подготовки проб для химического, бактериологического, гельминтологического анализа. – М.: Изд. Стандартов, 1984.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
https://право.информ2000.рф/ekologiya/ekologiya.htm

ОГЛАВЛЕНИЕ

Введение 3
1. Техника выполнения количественного анализа. Запись и обработка результатов анализа
1.1. Работа с аналитическими весами 4
1.2. Работа с мерной посудой 5
1.3. Обработка и запись результатов анализов 7
1.4. Титриметрический метод анализа
1.4.1. Сущность титриметрического метода анализа 14
1.4.2. Кислотно-основное титрование 16
1.4.3. Комплексонометрическое титрование 19
1.4.4. Жесткость воды 20
1.5. Спектрофотометрический анализ 21
1.5.1. Закон Бугера – Ламберта – Бера 23
1.5.2. Отклонения от закона Бугера – Ламберта – Бера 25
1.5.3. Конструкция приборов, применяемых для фотометрического анализа 27
1.5.4. Методы количественного спектрофотометрического анализа 28
1.6. Вопросы для контроля 28
2. Лабораторные работы
2.1. Определение основных показателей качества воды
2.1.1. Определение физических показателей качества воды 30
2.1.2. Определение химических показателей качества воды 33
2.2. Вопросы для контроля 38
2.3. Определение сухого и прокаленного остатка 39
2.4. Определение окисляемости воды 40
2.5. Определение растворенного кислорода по методу Винклера 42
2.6. Определение содержания ионов аммония в природных водах 43
2.7. Определение содержания нитритов в природных водах 45
2.8. Определение содержания нитратов в природных водах 46
2.9. Определение содержания фосфатов в природных водах 47
2.10. Определение содержания сульфат-ионов 49
2.11. Определение общего железа в природных водах 50
2.12. Фотометрический метод анализа меди с диэтилдитиокарбаматом натрия 51
2.13. Определение гидролитической кислотности почвы 52
2.14. Вопросы для контроля 57
Библиографический список 58

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы

Вернуться в каталог книг по экологии
iya.htm
УЧЕБНИКИ, ДИПЛОМЫ, ДИССЕРТАЦИИ - полные тексты
На сайте электронной библиотеки www.учебники.информ2000.рф

НАПИСАНИЕ на ЗАКАЗ:
1. Диссертации и научные работы
2. Дипломы, курсовые, рефераты, чертежи...
3. Школьные задания
Онлайн-консультации
ЛЮБАЯ тематика, в том числе ТЕХНИКА
Приглашаем авторов

Татьяна Георгиевна Крупнова,
Анастасия Михайловна Кострюкова

ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Учебное пособие
по лабораторным работам

Техн. редактор А.В. Миних

Издательский центр Южно-Уральского государственного университета

Подписано в печать 23.05.2011. Формат 60×84 1/16. Печать цифровая.
Усл. печ. л. 3,49. Тираж 100 экз. Заказ 311/73. Цена С.

Отпечатано в типографии Издательского центра ЮУрГУ.
454080, г. Челябинск, пр. им. В.И. Ленина, 76.

https://право.информ2000.рф
Бесплатная электронная библиотека по экономике и праву: книги, диссертации, дипломы