

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

ИЗУЧЕНИЕ МЕТОДОВ АНАЛИЗА ВОДЫ

Общие положения

Цель данной работы – знакомство с лабораторными приборами и оборудованием для анализа основных показателей качества природной и питьевой воды, знакомство с методами определения мутности, цветности, величины pH, общей щелочности, общей жесткости, электропроводности воды.

1. ПОРЯДОК РАБОТЫ НА СПЕКТРОФОТОМЕТРЕ UNICO 2100.

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МУТНОСТИ И ЦВЕТНОСТИ

Мутность (содержание взвешенных веществ) характеризуют наличие в воде суспензированных частиц песка, глины, ила, планктона, водорослей, которые попадают в нее в результате эрозии берегов, с дождевыми и талыми водами, взмучивания осадка со дна и т.п. Количество взвешенных веществ в воде выражается в миллиграммах на литр по каолину (мг/л) или единицах мутности по формазину (ЕМФ). Мутность воды определяют фотометрически – путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями (например, суспензии каолина или формазина).

Цветность является важным физико-химическим показателем качества питьевой воды, от которой зависят ее органолептические свойства.

Цветность питьевой воды обычно обусловлена присутствием окрашенного органического вещества (главным образом гуминовых и фульвовых кислот, связанных с гумусом почвы). На цветность воды сильно влияет присутствие железа и других металлов в виде естественных примесей или в качестве продуктов коррозии. Она бывает также обусловлена загрязнением водоисточника промышленными стоками и может служить первым признаком возникновения опасной ситуации.

Цветностью называется условно принятая количественная характеристика для описания цвета природной и питьевой воды, имеющей незначительную естественную окраску. Цветность является косвенным показателем количества содержащихся в воде растворенных органических веществ. Измерение цветности природных вод необходимо для правильного выбора технологии водоподготовки.

Цветность воды определяется сравнением с растворами специально приготовленной шкалы цветности (например платино-кобальтовой шкалы) и выражается в градусах цветности этой шкалы. Цветность определяют колориметрически, визуально сравнивая цвет пробы с эталонами шкалы цветности, или применяют фотоэлектродетекторы (спектрофотометры) для измерения оптической плотности (рис. 1.1).



Рис. 1.1. Спектрофотометр UNICO 2100

Порядок работы на спектрофотометре UNICO 2100

Включите спектрофотометр нажатием кнопки Ю. Дайте прибору прогреться в течение 15 мин. Кюветное отделение должно быть закрытым и пустым!

Выберите режим оптической плотности (A), нажимая кнопку MODE до тех пор, пока не загорится красный светодиод напротив соответствующего режима.

Установите нужную длину волны нажатием кнопок управления длиной волны ▲ ▼.

Подготовка проб

Приготовьте холостой раствор согласно используемой методике. Заполните им кювету. Протрите кювету салфеткой, чтобы стереть отпечатки пальцев и капелек жидкости. Вставьте кювету с холостым раствором в одну из ячеек 3-х позиционного кюветодержателя таким образом, чтобы кювета оказалась на пути светового пучка. Закройте крышку. Установите значение 0,000А при помощи кнопки 0А. Отставьте кювету в сторону на случай, если вам понадобится настроить значение 0А позже.

Анализ пробы

Промойте вторую кювету небольшим количеством раствора пробы, подлежащей исследованию. Наполните кювету и вытрите ее. Поставьте кювету с пробой в отделение для проб. Закройте крышку. Снимите показания А с цифрового дисплея. С большой осторожностью переходите к следующей позиции, выдвигая ручку перемещения кюветодержателя до тех пор, пока не почувствуете, что держатель «щелкнул» при установке на место. Обязательно запишите результаты анализа для каждой пробы. Уберите кювету с пробой из кюветного отделения.

Дополнительные указания по пробоподготовке

При измерении цветности воды пробу предварительно фильтруют через бумажный фильтр (рис. 1.2). Если цветность анализируемой воды составляет более 70 градусов цветности, исходную пробу воды разбавляют дистиллированной водой таким образом, чтобы цветность после разбавления соответствовала диапазону шкалы цветности, и записывают объем исходной пробы воды, взятый для разбавления $V_{\text{п}}$ (мл или см^3) и объем пробы воды после разбавления $V_{\text{р}}$ (мл или см^3). Вычисляют коэффициент разбавления $F_{\text{р}} = V_{\text{р}} / V_{\text{п}}$. При разбавлении исходной пробы цветность анализируемой пробы воды C рассчитывают по формуле: $C = C_{\text{р}} \cdot F_{\text{р}}$, где $C_{\text{р}}$ – цветность разбавленной пробы.



Рис. 1.2. Подготовка фильтра и посуды для фильтрования пробы воды.

При измерении мутности, если цветность пробы ниже 10 градусов, то холодным раствором служит дистиллированная вода. Если цветность измеряемой пробы выше 10 градусов, то контрольной жидкостью служит испытуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества фильтрованием через бумажный фильтр (используется профильтрованная проба из опыта по определению цветности).

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВОДОРОДНОГО ПОКАЗАТЕЛЯ (рН)

Для определения водородного показателя (величины рН) различных сред применяют рН-метры. Измерение рН – это измерение концентрации или активности ионов водорода в растворе.

Для измерения величины рН используется потенциометрический метод анализа, который основан на использовании зависимости электрического сигнала (потенциала) специального датчика, называемого измерительным электродом, от состава анализируемого раствора. Измерительный электрод реагирует на ионы водорода, а его потенциал зависит от содержания этих ионов в растворе и подчиняется уравнению Нернста.

Абсолютную величину потенциала в настоящее время измерить невозможно, однако можно измерить потенциал относительно другого электрода, потенциал которого не зависит от состава раствора и условно равен нулю. Такой электрод называется электродом сравнения или вспомогательным электродом. Таким образом, измерения всегда проводятся при помощи двух электродов: измерительного и электрода сравнения. В настоящее время преимущественно используются комбинированные электроды, которые в одном корпусе содержат оба электрода и измерительный, и сравнительный. ЭДС или напряжение на электродах линейно связано с логарифмом концентрации ионов водорода, т.е. с величиной pH.

В силу того, что на величину ЭДС влияет температура, каждый такой измерительный прибор имеет датчик температуры измеряемой среды и термокомпенсацию для измерений при температурах отличных от +25°C.



Рис. 1.3. Лабораторный pH-метр HANNA HI 2215.

Для определения величины pH необходимо подготовить следующие приборы, материалы и посуду: лабораторный pH-метр HANNA HI 2215 или аналогичный; стакан стеклянный лабораторный на 50 мл – 1 шт.; емкость с дистиллированной водой.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ

Общая щелочность воды обусловлена присутствием ионов OH^- , CO_3^{2-} , HCO_3^- , а также рядом других ионов с буферными свойствами, способными вступать в реакцию с ионами H^+ (аммиак, бораты, фосфаты, силикаты, анионы гуминовых и других органических кислот). Последние представлены в природных водах в небольших концентрациях и ими можно пренебречь.

Для определения общей щелочности ионы HCO_3^- , CO_3^{2-} и OH^- титруют соляной кислотой до значения рН 4,5. Свободная щелочность – это щелочность, определяемая титрованием пробы воды до значения рН 8,3. Для определения водородного показателя используют либо рН-метр, либо индикаторы (фенолфталеин и метиловый оранжевый).

Для определения общей щелочности воды необходимо подготовить следующие приборы, материалы и посуду: бюретка обычная стеклянная или цифровая с 0,1н раствором соляной кислоты – 1 шт.; стеклянный флакон с пипеткой с 0,1 %-м раствором индикатора метиловый оранжевый – 1 шт.; стеклянный флакон с пипеткой с 0,5 %-м спиртовым раствором индикатора фенолфталеин; цилиндр мерный на 100 мл – 1 шт.; колбы конические стеклянные на 200 или 250 мл – 2 шт.; стакан стеклянный лабораторный на 50 мл – 1 шт.; емкость с дистиллированной водой.

Порядок работы на цифровой бюретке

Включают цифровую бюретку кнопкой «ON» («включение») (рис. 1.4). Подставляют под наконечник бюретки стеклянный стакан на 50 мл и поворотом колесика для титрования на бюретке (левое колесико вращают по часовой стрелке) сливают 0,5 – 1,0 мл раствора кислоты для устранения пузырьков воздуха из носика бюретки. Цифровое значение титра на ЖК-индикаторе должно при этом увеличиваться. Кнопкой «RESET» («сброс») устанавливают нулевое значение титра на ЖК индикаторе бюретки.



Рис. 1.4. Бюретка цифровая.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

Жесткостью воды называется совокупность свойств, обусловленных содержанием в ней щелочноземельных элементов, преимущественно ионов кальция и магния. Различают карбонатную жесткость (карбонатные и бикарбонатные соли кальция и магния) и некарбонатную (некарбонатные соли кальция и магния – сульфаты, хлориды, нитраты и др.). Сумма карбонатной и некарбонатной жесткости определяет общую жесткость.

Жесткость воды выражается в градусах жесткости (°Ж). Градус жесткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, численно равной $\frac{1}{2}$ его моля, выраженной в мг/дм^3 (г/м^3 , мг/л). Жесткость воды Ж, °Ж, при раздельном количественном определении ионов щелочноземельных элементов вычисляют по формуле:

$$Ж = \Sigma (C_i / C_{i3}),$$

где C_i – концентрация щелочноземельного элемента в пробе воды, мг/дм^3 (г/м^3 , мг/л);

C_{i3} – концентрация щелочноземельного элемента, численно равная $\frac{1}{2}$ его моля, выраженная в мг/дм^3 (г/м^3 , мг/л).

Градус жесткости $^{\circ}\text{Ж}$ соответствует старой единице измерения жесткости, принятой в нашей стране до введения *ГОСТ 31865-2012 Вода. Единица жесткости* – мг-экв/л: $1^{\circ}\text{Ж} = 1 \text{ мг-экв/л}$. Ниже в работе будут использоваться единицы измерения жесткости мг-экв/л (как указано в СанПиН 1.2.3685-21).

Метод определения общей жесткости основан на образовании комплексных соединений трилона Б (динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты) с ионами щелочноземельных элементов. Определение проводят титрованием пробы раствором трилона Б при $\text{pH} = 10$ в присутствии индикатора эриохрома черного Т, который образует с ионами Ca^{2+} и Mg^{2+} комплексы красно-малинового (фиолетового) цвета.

Для определения общей жесткости необходимо подготовить следующие приборы, материалы и посуду: бюретка обычная стеклянная или цифровая с 0,1 н раствором трилона Б – 1 шт.; автоматическая пипетка (дозатор) на 2-10 мл – 1 шт.; стеклянная банка с аммиачным буферным раствором $\text{pH} = (10 \pm 0,1)$ – 1 шт.; стеклянная банка с сухой смесью индикатора (эриохром черный Т) и мерной ложечкой – 1 шт.; цилиндр мерный на 100 мл – 1 шт.; колбы конические стеклянные на 200 или 250 мл – 2 шт.; стакан стеклянный лабораторный на 50 мл – 1 шт.; емкость с дистиллированной водой.

Правила работы с автоматической пипеткой (дозатором) (рис. 1.5):

- при необходимости установить нужный объем вращением операционной кнопки и контролируя по цифровому индикатору;
- открыть банку с раствором реактива;
- взять дозатор в руку и нажать большим пальцем на операционную кнопку до первой остановки;
- опустить наконечник дозатора в раствор на глубину 1-2 см и медленно освободить кнопку (во время набора жидкости дозатор держать вертикально);
- держа вертикально или под небольшим наклоном перенести дозатор к колбе с исследуемой пробой, вытолкнуть раствор из наконечника дозатора в пробирку путем нажатия операционной кнопки до упора большим пальцем;

- по окончании работы дозатор установить в штатив или повесить на место.



Рис. 1.5. Автоматическая пипетка (дозатор).

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЭЛЕКТРОПРОВОДНОСТИ (ОБЩЕЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ)

Кондуктометрический метод анализа основан на измерении электропроводности анализируемого раствора. Электропроводностью называют величину, обратную электрическому сопротивлению. Единицей измерения электропроводности является Ом^{-1} или сименс (См). Сопротивление раствора прямо пропорционально расстоянию между электродами и обратно пропорционально площади их поверхности.

Величину, обратную удельному сопротивлению, называют удельной электропроводностью. Удельная электропроводность ($\text{См} \cdot \text{см}^{-1}$) численно равна току (в амперах), проходящему через слой раствора с поперечным сечением, равным единице, под действием градиента потенциала 1 В на единицу длины.

Электропроводность разбавленных растворов электролитов зависит от числа ионов в растворе (т.е. от концентрации), числа элементарных зарядов, переносимых каждым ионом (т. е. от заряда иона), и от скорости движения одинаково заряженных ионов к катоду или аноду под действием электрического поля. С учетом всех этих факторов электропроводящие свойства ионов характеризуют эквивалентной ионной электрической проводимостью (подвижностью).

Методы прямой кондуктометрии основываются на том, что в области разбавленных и умеренно концентрированных растворов электрическая проводимость растет с увеличением концентрации электролита. В практической работе обычно используют заранее построенную градуировочную кривую зависимости электрической проводимости раствора от концентрации электролитов. Эта зависимость автоматически формируется в памяти прибора при его калибровке с помощью раствора хлорида натрия. Кондуктометры, которые могут показывать результат сразу в единицах уловного солесодержания, называют также солемерами.

Для пересчета показаний кондуктометра-солемера при измерении электрической проводимости растворов, содержащих смеси различных солей, используют коэффициент пересчета. В используемом в настоящей работе кондуктометре этот коэффициент установлен равным 0,7.

При увеличении температуры раствора возрастает подвижность ионов и снижается вязкость растворителя, что приводит к повышению удельной электропроводности раствора. Чтобы учесть это явление, в измерительную ячейку встраивается термочувствительный элемент, а в измерительные схемы кондуктометров вводят устройства температурной компенсации, приводящие результат измерения к одной постоянной температуре, указываемой в паспорте прибора (обычно +25 °C).

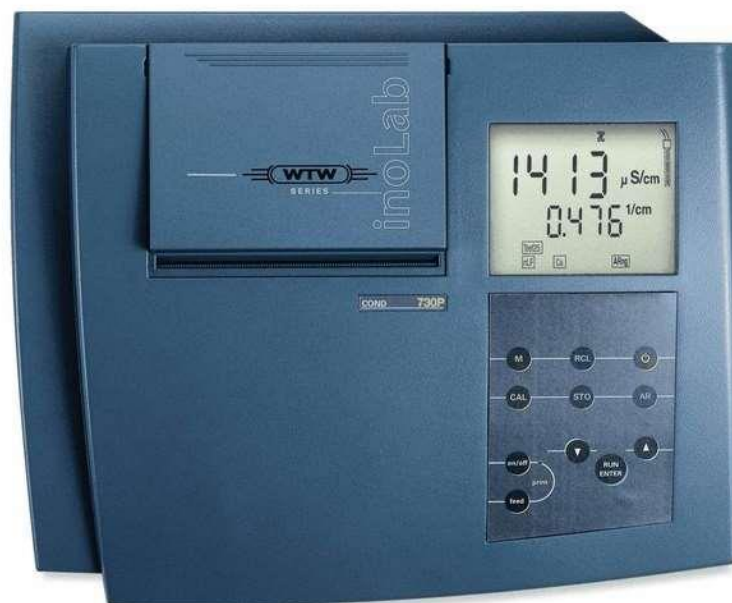


Рис. 1.6. Лабораторный кондуктометр Cond 730.

Для определения электропроводности необходимо подготовить следующие приборы, материалы и посуду: лабораторный кондуктометр Cond 730 или аналогичный (рис. 1.6); стакан стеклянный лабораторный на 50 мл – 1 шт.; емкость с дистиллированной водой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Общие положения

Цель данной работы – получение практических навыков по определению основных показателей качества воды: мутность, цветность, величина pH, общая щелочность, общая жесткость, электропроводность.

1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНОСТИ

Приборы, посуда, реактивы

1. Спектрофотометр
2. Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм
3. Колбы мерные 1 л — 2 шт.
4. Колбы мерные 100 мл — 12 шт.
5. Колбы мерные 50 мл — 2 шт.
6. Пипетки с одной меткой на 5 мл — 1 шт.
7. Пипетки с делениями на 25 мл — 1 шт.
8. Стакан мерный на 500 мл.
9. Кислота серная х.ч.
10. Государственный стандартный образец (ГСО) цветности (500°).

*Приготовление растворов хром-кобальтовой шкалы цветности
и установления градуировочной характеристики*

Растворы хром-кобальтовой шкалы цветности готовят в следующей последовательности: в мерные колбы вместимостью 100 см³ вносят ГСО цветности водных растворов объемом, значения которого приведены в таблице П1, и доводят до метки раствором серной кислоты. Раствор серной кислоты готовят в следующей последовательности: в мерную колбу вместимостью 1000 см³, наполовину заполненную дистиллированной водой, осторожно добавляют 1 см³ концентрированной серной кислоты и доводят до метки дистиллированной водой. Срок хранения раствора — не более года.

Рассчитывают действительные значения цветности водных растворов в соответствии с инструкцией по применению ГСО с учетом его аттестованного значения.

Растворы шкалы цветности хранят в закрытой емкости в темном месте при температуре от 2 °С до 8 °С. Срок хранения растворов — не более 3 месяцев. Растворы шкалы цветности, хранившиеся в холодильнике, перед испытанием необходимо выдержать при комнатной температуре не менее 2 ч.

Для установления градуировочной характеристики измеряют оптическую плотность или коэффициент пропускания растворов хром-кобальтовой шкалы цветности при длине волны 380 нм в оптических кюветах толщиной поглощаю-

щего слоя 5 или 10 см относительно дистиллированной воды (холостая проба).
Строят градуировочную характеристику в виде зависимости измеренных значений оптической плотности растворов шкалы цветности, от значений цветности по шкале цветности этих растворов, при этом коэффициент линейной корреляции должен быть не менее 0,995.

Ход определения

Измеряют оптическую плотность (коэффициент пропускания) пробы анализируемой воды, при длине волны 380 нм для хром-кобальтовой шкалы цветности в тех же кюветах, которые использовали при построении градуировочной характеристики относительно дистиллированной воды (холостая проба).

Таблица 2.1

Эталонная шкала цветности

Номер колб	Объем аликвоты ГСО цветности водных растворов, см³	Цветность, град
1	0	0
2	1	5
3	2	10
4	3	15
5	4	20
6	5	25
7	6	30
8	7	35
9	8	40
10	10	50
11	12	60
12	14	70

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МУТНОСТИ ПО ФАРМАЗИНУ

Приборы, посуда, реактивы

1. Спектрофотометр
2. Кюветы с толщиной поглощающего слоя 50 мм
3. Весы лабораторные
4. Колбы мерные вместимостью 50, 100, 500, 1000 см³
5. Пипетки вместимостью 1, 2, 5, 10 см³
6. Цилиндры мерные вместимостью 100 см³
7. ГСО мутности водных растворов с аттестованным значением.

Приготовление стандартных суспензий формазина

Основную стандартную суспензию готовят из ГСО в соответствии с прилагаемой к образцу инструкцией. Для приготовления промежуточной стандартной суспензии формазина, с концентрацией 40 ЕМФ (0,04 ЕМ/см³) 50 см³ тщательно перемешанной основной стандартной суспензии формазина вносят в мерную колбу вместимостью 500 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой (срок хранения 2 недели).

Для приготовления рабочих стандартных суспензий формазина берут 2,5–5–10–20–40–50–75–100 см³ предварительно перемешанной промежуточной суспензии формазина вносят в мерные колбы на 100 см³, доводят до метки бидистиллированной водой. Полученные рабочие стандартные суспензии имеют концентрации: 1–2–4–8–16–20–30–40 ЕМФ (рабочие растворы стабильны в течение недели).

Построение градуировочного графика

Анализ образцов для градуировки проводят в порядке возрастания их концентрации. Для построения градуировочного графика каждую искусственную смесь необходимо фотометрировать 3 раза с целью исключения случайных результатов и усреднения данных. При построении градуировочного графика по оси ординат откладывают значения оптической плотности, а по оси абсцисс — величину мутности в мг/дм³ (ЕМФ).

Ход определения

В кювету с толщиной оптического слоя 50 мм вносят тщательно перемешанную испытуемую пробу и снимают показания прибора при длине волны $\lambda = 520$ нм. При анализе пробы воды выполняют не менее двух параллельных определений. За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений

Результаты измерений выражают ЕМФ. Переход от мг/дм³ к ЕМФ осуществляется, исходя из соотношения: 1,5 мг/дм³ каолина соответствуют 2,6 ЕМФ или 1 ЕМФ соответствует 0,58 мг/дм³ по каолину.

3. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ pH. ПОРЯДОК РАБОТЫ НА pH МЕТРЕ

Включите прибор клавишей ON/OFF. Прибор автоматически перейдет в режим измерения pH.

Снимите защитный колпачок. Небольшой налет соли на поверхности электрода вполне допустим. Просто смойте его дистиллированной водой.

Перед каждым измерением промывать электрод. Лучше для этого использовать свободное количество измеряемого образца (всегда старайтесь использовать две порции образца: одна для ополаскивания, другая для измерения). Если производится ряд измерений в различных образцах, в промежутках между пробами рекомендуется споласкивать электрод и термодатчик дистиллированной водой и промокнуть фильтровальной бумагой.

Для измерения pH погрузите pH-электрод и термодатчик в тестируемую пробу на глубину примерно 4 см. Подождите 1-2 минуты для стабилизации электрода. Значение pH появится в центре дисплея. Справа появится значение температуры.

Если уровень электролита опустился более чем на 1 см от заливного отверстия, его необходимо долить.

После проведения измерений датчики промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

4. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЩЕЛОЧНОСТИ

Реактивы

1. Соляная кислота — 0,1 н. раствор (готовят из фиксанала);
2. Метиловый оранжевый — 0,1 %-й раствор (1 г метилового оранжевого растворяют в 1 л дистиллированной воды);
3. Фенолфталеин — 0,5 %-й раствор спиртовой (0,5 г фенолфталеина растворяют в 50 мл 96 %-го этилового спирта и приливают 50 мл дистиллированной воды). В раствор по каплям добавляют 0,02 н. раствор NaOH до появления розовой окраски.

Ход определения

К 100 мл исследуемой воды, отмеренной цилиндром в коническую колбу на 200 мл, добавляют 2–3 капли раствора фенолфталеина. Если появится розовая окраска, воду титруют 0,1 н. раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Затем в ту же пробу добавляют 2–3 капли раствора метилового оранжевого и продолжают титровать 0,1 н. раствором соляной кислоты до перехода окраски из желтой в розовую. Записывают объем 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование с фенолфталеином, и общий объем 0,1 н. раствора соляной кислоты, израсходованный на все титрование. Общую щелочность воды $\text{Щ}_{\text{общ}}$, мг-экв/л, вычисляют по формуле:

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{v \cdot N \cdot 1000}{v_1}, \quad (2.1)$$

где v — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование взятого объема исследуемой воды, мл;

v_1 — объем пробы воды, мл;

N — нормальность раствора соляной кислоты.

В качестве промежуточной расчетной величины (свободная щелочность) вычисляют щелочность по фенолфталеину $\text{Щ}_{\text{ф}}$, мг-экв/л:

$$\text{Щ}_{\text{ф}} = \frac{v_2 \cdot N \cdot 1000}{v_1}, \quad (2.2)$$

где v_2 — объем раствора соляной кислоты, пошедшей на титрование с фенолфталеином, мл.

Проводят не менее двух титрований, при этом расхождение между значениями общих объемов соляной кислоты, израсходованных на титрование, не должно превышать 0,1 мл (0,1 см³). Если расхождение превышает указанное значение, то титрование повторяют до получения допустимого расхождения результатов.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух принятых определений. Результат округляют до десятых мг-экв/л.

5. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

Реактивы

1. Аммиачный буферный раствор (к 10 г хлорида аммония NH₄Cl приливают 50 мл 25 %-ного раствора аммиака NH₄OH и доводят общий объем раствора до 500 см³);

2. Эриохром черный – индикатор (к 0,5 г индикатора приливают 10 мл аммиачного буферного раствора и доводят общий объем раствора этиловым спиртом до 100 мл);

3. Трилон Б – 0,1 н. раствор (навеску 18,6 г трилона растворяют в дистиллированной воде, переносят в мерную колбу на 1000 мл и доводят до метки).

Ход определения

К 100 мл исследуемой воды, отмеренной цилиндром в коническую колбу на 250 мл, приливают 5 мл аммиачного буферного раствора и 6–7 капель раствора индикатора эриохрома черного, который образует с ионами Ca²⁺ и Mg²⁺ комплексы красно-малинового цвета.

При наличии Ca²⁺ и Mg²⁺ раствор окрашивается в красно-малиновый цвет. Этот раствор медленно титруют 0,05 н. раствором трилона Б до изменения окраски на синевато-серую. Это свидетельствует о том, что все ионы Ca²⁺ и Mg²⁺ связаны с трилоном Б.

Общую жесткость Ж_{общ}, мг-экв/л, рассчитывают по формуле

$$Ж_{общ} = \frac{v_1 \cdot N \cdot 1000}{v}, \quad (2.3)$$

где v_1 – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование исследуемой воды, мл;

N – нормальность раствора трилона Б;

v – объем исследуемой воды, мл.

Некарбонатная жесткость $J_{нк}$ равна:

$$J_{нк} = J_{общ} - J_{к},$$

где $J_{к}$ – карбонатная жесткость (см. определение щелочности).

Проводят не менее двух титрований, при этом расхождение между значениями общих объемов трилона Б, израсходованных на титрование, не должно превышать 0,1 см³. Если расхождение превышает указанное значение, то титрование повторяют до получения допустимого расхождения результатов.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух принятых определений. Результат округляют до десятых мг-экв/л.

6. ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ МИНЕРАЛИЗАЦИИ

Ход определения

Готовят следующие приборы, материалы и посуду: лабораторный кондуктометр Cond 730 или аналогичный; стакан стеклянный лабораторный на 50 мл – 1 шт.; емкость с дистиллированной водой.

Включают кондуктометр. При необходимости кнопкой (М) выбирают режим измерения минерализации (результат измерения выводится на дисплее в mg/l – мг/л).

В стеклянный лабораторный стакан объемом 50 мл помещают около 30 мл пробы анализируемой воды. Помещают датчик кондуктометра в стакан с водой, следя за тем, чтобы отверстие электрода (датчика) прибора было полностью погружено в раствор.

Измеряют удельную электрическую проводимость воды в режиме автоматической температурной компенсации. Результат измерений фиксируют, когда показания прибора за одну минуту изменяются не более чем на ± 2 мг/л. Результат округляют до целых мг/л.

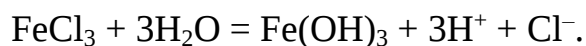
После проведения измерений датчик промывают дистиллированной водой и обсушивают фильтровальной бумагой.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

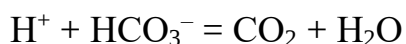
ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОЙ ДОЗЫ КОАГУЛЯНТА ПРИ КОАГУЛИРОВАНИИ ЦВЕТНЫХ ВОД В СВОБОДНОМ ОБЪЕМЕ

Общие положения

Сущность очистки воды коагулированием в свободном объеме заключается в сорбции частиц загрязнений на поверхности гидроокисей с последующим удалением отработанного сорбента. Гидроокиси-сорбенты образуются в результате гидролиза коагулянтов (солей многовалентных металлов) при добавлении их в обрабатываемую воду:



Необходимым условием полного протекания гидролиза является удаление из сферы реакции ионов H^+ , накопление которых в результате диссоциации образующихся кислот тормозит гидролиз. Эту роль выполняют бикарбонатные ионы HCO_3^- , присутствующие, как правило, в природных водах и определяющие их щелочность:



Максимальная доза коагулянта $D_{\text{к}}'$, мг/л, для которой исходный щелочной резерв обрабатываемой воды достаточен, определяется из следующих соотношений:

для сернокислого алюминия ($\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$)

$$D_{\text{к}}' = 57(\text{Щ} - 0,5); \quad (3.1)$$

для хлорного железа (FeCl_3)

$$D_{\text{к}}' = 54(\text{Щ} - 0,5), \quad (3.2)$$

где Щ — щелочность исходной воды, мг-экв/л;

57 и 54 — соответственно эквивалентная масса сернокислого алюминия и хлорного железа, считая по безводному продукту, мг/мг-экв.

Начиная с того момента, когда естественный щелочной резерв исчерпан ($D_k > D_k'$), воду необходимо подщелачивать раствором извести. Доза извести $D_{и}$, мг/л, необходимая для подщелачивания, определяется по формулам:

для сернокислого алюминия:

$$D_{и} = 28(D_k/57 - Щ + 0,5); \quad (3.3)$$

для хлорного железа:

$$D_{и} = 28(D_k/54 - Щ + 0,5), \quad (3.4)$$

где 28 — эквивалентная масса извести (по CaO), мг/мг-экв.

Если величина $D_{и} \leq 0$, то подщелачивание не требуется.

Оптимальной дозой реагента называют ту наименьшую дозу безводного вещества, увеличение которой уже не приводит к существенному улучшению эффекта удаления загрязнений (рис. 3.1).

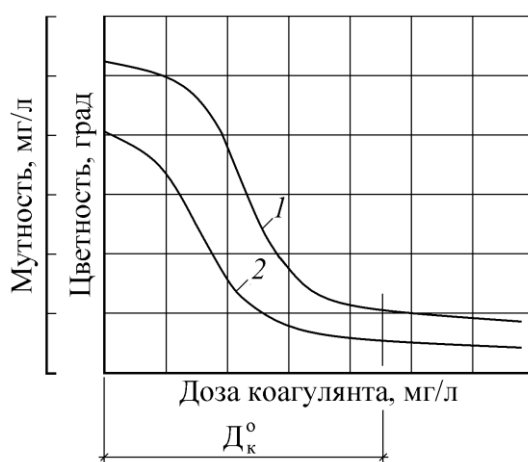


Рис. 3.1. График зависимости мутности и цветности воды от дозы коагулянта:
1 — $M = f(D_k)$; 2 — $C = f(D_k)$

Оптимальная доза коагулянта при очистке цветных вод зависит в существенной степени от величины и природы цветности, а также от значений щелочности, pH и температуры воды.

Расход коагулянта при обработке цветных вод можно значительно уменьшить, если перед вводом коагулянта воду обработать хлором (предварительное хлорирование) или другим окислителем. При хлорировании разрушаются гумусовые вещества, стабилизирующие неорганические суспензии (гидроокись же-

леза, взвешенные частицы мутности) и препятствующие их слипанию и осаждению. Это способствует улучшению процесса коагулирования и снижению оптимальной дозы коагулянта. Последняя определяется экспериментально методом пробного коагулирования.

Реактивы, приборы, посуда

1. Спектрофотометр UNICO 2100.
2. pH-метр.
3. Флокулятор «Flocculator SW6».
4. Цилиндры стеклянные 500 мл — 7 шт.
5. Палочки стеклянные или полиэтиленовые.
6. Колбы конические (стеклянные или полиэтиленовые) 500 мл — 7 шт.
7. Воронки полиэтиленовые — 7 шт.
8. Бумажные фильтры — «белая» лента.
9. Сифон из стеклянных трубок и силиконовой трубки (см. рис. 3.2).
10. Колбы конические стеклянные (для титрования) 250 мл.
11. Груши-спринцовки медицинские с мягким носиком.
12. Емкость для хранения имитата цветных вод (ведро или таз).
13. Кружка фарфоровая или полиэтиленовая на 500 мл.
14. Посуда мерная: пипетки 10 мл с делениями на полный слив, бюретка 25 мл с оливой, цилиндры мерные на 100 мл, стаканы мерные на 250 мл с делениями.
15. Сульфат алюминия х.ч. или ч.д.а. (1 %-й раствор). Навеску в 19,5 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, соответствующую 10 г безводного сульфата алюминия, помещают в мерную колбу емкостью 1000 мл, растворяют при нагревании в 300...500 мл дистиллированной воды, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой.
16. Гидроокись кальция — 0,1 %-й раствор. 1 г предварительно прокаленной при 900 °С в течение 5 ч окиси кальция растирают в ступке и смывают кипящей дистиллированной водой в мерную колбу емкостью 1000 мл, по охла-

ждении (в закрытой колбе) доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в полиэтиленовой посуде в темноте, закрыв пробкой с резиновой прокладкой.

17. Хлорная вода, содержащая 0,1 % свободного хлора: 2,86 г хлорной извести растворяют в 1 л дистиллированной воды.

18. Торфяная вытяжка для приготовления имитата природных вод (см. приложение 2).

19. Реактивы для определения щелочности (метилоранж, соляная кислота 0,1 н.).

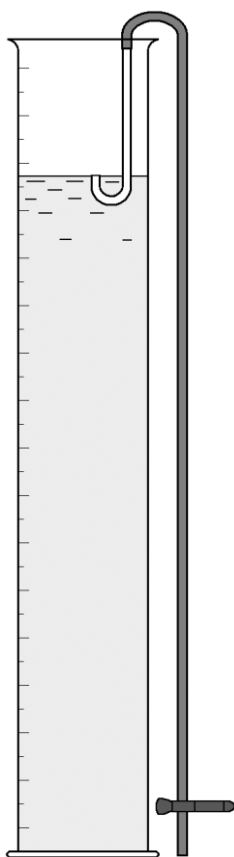


Рис. 3.2. Цилиндр с сифоном для декантирования

Ход определения оптимальной дозы коагулянта для обработки цветных вод

В исходной воде определяют цветность (с помощью спектрофотометра), щелочность, рН.

По формулам (3.3) или (3.4) определяют требуемую дозу извести в соответствии с вводимой в этот цилиндр дозой коагулянта. Затем в семь цилиндров наливают по 0,5 л воды и в каждый цилиндр вводят дозу извести (в виде рас-

твора концентрацией 1 мг/мл), после этого — раствор коагулянта (концентрация 10 мг/мл) в количестве, соответствующем данной дозе коагулянта (например, по табл. 3.1). После содержимое каждого цилиндра переливают в пластиковый стакан для перемешивания на флокуляторе.

Таблица 3.1

Количество коагулянта, вводимого в цилиндры для определения оптимальной дозы

Номер цилиндра	Доза коагулянта (по $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), мг/л	Количество 1 %-го раствора коагулянта, добавляемое в цилиндр, мл
1	10	1,0
2	20	2,0
3	30	3,0
4	40	4,0
5	50	5,0
6	60	6,0
7	70	7,0

Содержимое стаканов перемешивают на флокуляторе быстро в течение 1 мин. (150 об/мин), а затем медленно (30...40 об/мин) в течение 3–5 мин.

После перемешивания, содержимое стаканов переливают в цилиндры и оставляют в покое для отстаивания на 1–2 ч. Время введения коагулянта заносят в лабораторный журнал. В процессе отстаивания ведут наблюдения за хлопьеобразованием и осаждением. Время полного осаждения хлопьев также отмечают в журнале. После отстаивания из каждого цилиндра декантируют 200–250 мл осветленного раствора в промежуточные колбы, откуда порциями переносят на фильтр, не доливая 1 см до краев фильтра. Фильтруют через бумажный фильтр в семь конических колб емкостью 500 мл. В фильтрате определяют цветность, рН и щелочность. При этом для определения щелочности должно остаться не менее 100 мл пробы. Для этого целесообразно использовать воду после определения рН. Результаты определений записывают в форму табл. 3.2.

Таблица 3.2

Экспериментальные данные по определению оптимальной дозы коагулянта

Номер цилиндра	Показатели качества исходной воды			Доза коагулянта D_k , мг/л	Доза хлора, мг/л	Время, мин		Показатели качества воды в фильтрате			Оптимальная доза коагулянта D_k , мг/л		Наименование коагулянта
	цветность, град	щелочность Щ, мг-экв/л	pH			введения коагулянта T_1	полного осаждения T_2	цветность Ц, град	щелочность Щ, мг-экв/л	pH	без прехлорирования	с прехлорированием	
1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14

По данным табл. 3.2 строят графики зависимостей цветности, щелочности и времени полного оседания хлопьев от дозы коагулянта:

$$Ц = f(D_k); \quad Щ = f(D_k); \quad pH = f(D_k).$$

По графику функции $Ц = f(D_k)$ определяют оптимальную дозу коагулянта D_k^o и соответствующую ей цветность $Ц^o$. Щелочность $Щ_o$ и водородный показатель, соответствующие D_k^o , определяют из графиков $Щ = f(D_k)$ и $pH = f(D_k)$.

После этого приступают к определению оптимальной дозы коагулянта с предварительным хлорированием. Ход определения повторяют, но перед вводом коагулянта в цилиндры добавляют по 2,5 мл хлорной воды с содержанием активного хлора 1,0 мг/мл (доза хлора 5 мг/л).

Дальнейший порядок действий аналогичен описанному выше. Оптимальную дозу коагулянта при коагулировании с предварительным хлорированием и соответствующие ей $Щ_o$ и pH записывают в графу 13 табл. 3.2.

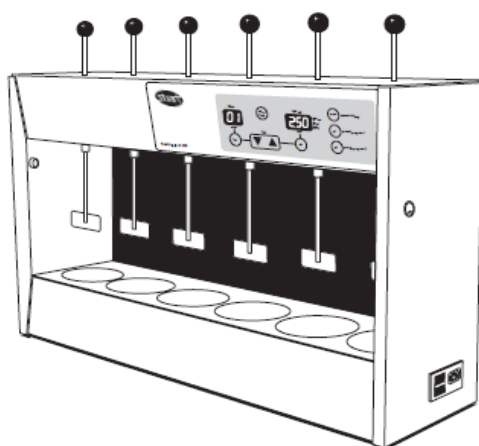
ПОРЯДОК РАБОТЫ НА ФЛОКУЛЯТОРЕ «FLOCCULATOR SW6»

Флокулятор (далее устройство) предназначен для перемешивания жидкости в предварительно выбранных значениях продолжительности и скорости вращения. Диапазон задаваемой продолжительности вращения (время): 1—99 мин. Диапазон скорости вращения: 25—250 об/мин. Устройство имеет 3 программы перемешивания SET/P1/P2.

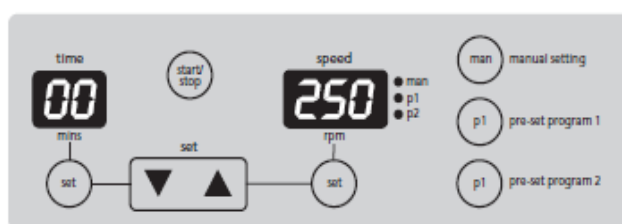
Режим SET позволяет работать в непрерывном режиме, а также изменять время и скорость перемешивания в процессе работы мешалок. Режимы P1 и P2 позволяют перемешивать в предварительно настроенных параметрах без возможности изменения параметров работы в ходе вращения лопастей.

Для начала работы необходимо поставить выключатель On/Off в положение On. При этом должно загореться табло и лампы.

Чтобы разместить стакан, поднимите лопасть до ее максимальной высоты с помощью ручки лопасти. После того как все образцы будут находиться в требуемом положении, опустите лопасти в стаканы на требуемую глубину.



а)



б)

Рис. 3.3. Флокулятор FLOCCULATOR SW6 (а), внешний вид табло управления (б)

Выбор скорость / время. Выберите требуемую программу, нажав и удерживая соответствующую кнопку <MAN>/ <P1>/ <P2> в течение 5 секунд. Зеленый индикатор начнет мигать. Для установки нужной скорости перемешивания, нажмите и удерживайте кнопку <SET> под индикатором скорости перемешивания.

вания (speed) и одновременно используйте стрелки <вверх> и <вниз> до установления желаемой скорости. Диапазон скорости вращения: 25—250 об/мин.

Чтобы установить продолжительность перемешивания, нажмите и удерживайте кнопку <SET> под индикатором время (time) и одновременно используйте стрелки <вверх> и <вниз> до установления желаемой продолжительности перемешивания. Время в минутах появляется на цифровом дисплее. Диапазон продолжительности перемешивания: 1—99 мин. Если определенное значение продолжительности перемешивания не требуется, установите 00 на дисплее времени.

Как только правильные скорость и продолжительность перемешивания были установлены, нажмите кнопку <MAN>/ <P1>/ <P2> для подтверждения. Эти настройки сохраняются в памяти.

Для начала работы выберите желаемый режим работы, нажав соответствующую кнопку <MAN>/ <P1>/ <P2>. Нажмите кнопку <START / STOP>. Лопасты начнут вращаться на выбранной скорости. Если время было установлено, таймер начнет обратный отсчет. По окончании заданного времени устройство подаст звуковой сигнал и остановит вращение лопастей. Дисплей таймера начнет мигать и начнется отсчет времени после остановки лопастей. Программа может быть остановлена в любой момент, нажатием <START / STOP>.

Последовательное включение заданных режимов. Устройство позволяет последовательно включать режимы в следующем порядке SET→P1→P2 или P1→P2. Включение в обратном порядке невозможно.

Установите желаемые скорость/время для каждой программы (P1 и P2). Для начала работы выберите желаемый начальный режим, нажав соответствующую кнопку <SET>/<P1>/ <P2>. Нажмите кнопку <START / STOP>. Для запуска следующего режима нажать соответствующую кнопку <P1>/ <P2>. Режим запустится сам. Следующий режим может быть запущен в любой момент.

ПРИГОТОВЛЕНИЕ ИМИТАТА ЦВЕТНЫХ И МУТНЫХ ВОД

Приборы, посуда, реактивы

1. Весы технические.
2. Колба мерная на 1000 мл.
3. Стакан на 500 мл.
4. Кружка фарфоровая на 500 мл.
5. Ложка-шпатель — 1 шт.
6. Воронка стеклянная или полиэтиленовая.
7. Фильтры «белая лента».
8. Гидроксид натрия, х.ч.
9. Торф или торфяные горшки.
10. Чай черный в пакетиках.
11. Мел в брусках.

Приготовление торфяной вытяжки для имитата цветных вод

Сухой торф насыпают в стакан на 500 мл, на 2/3 высоты, доверху заливают 1 н. раствором NaOH (40 г NaOH довести до 1 л дистиллированной водой) и оставляют при периодическом помешивании на 4—5 ч. Затем туда же для коагуляции илистой фракции вносят около 50 г мелко потолченного сернокислого натрия и энергично перемешивают через каждые 8—10 мин для его растворения. Лучшие результаты дает водная соль $\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ по сравнению с безводным Na_2SO_4 . Добавлением сернокислого натрия достигается прозрачность щелочных вытяжек. Через 18—20 ч отстоявшийся прозрачный темноокрашенный щелочной раствор гумусовых веществ отфильтровывают через бумажные фильтры «белая лента».

Торфяную вытяжку добавляют в емкость с водопроводной водой, так чтобы цветность составляла порядка 150° или чтобы оптическая плотность раствора при определении цветности не превышала 1,0 ед.

Для установки оптимального pH (если лабораторная работа на усмотрение преподавателя проводится «без подщелачивания»), имитат цветных вод желательно нейтрализовать добавлением раствора любой кислоты.

Для приготовления имитата можно использовать черный чай из пакетиков. Для этого 2—3 чайных пакетика помещают в фарфоровую кружку, заливают горячей водой из под крана и оставляют на 1 час. Затем фильтруют через фильтр «белая лента» и добавляют к водопроводной воде в емкости для имитата. Для установки оптимального рН добавляют 1 н раствор гидроксида натрия (по каплям).

Приготовление имитата мутных вод

Один или половина брусочка мела растирается в ступке с небольшим количеством дистиллированной воды. Затем суспензия из ступки смывается водой в стакан на 500 мл. Суспензию мела хранят в полиэтиленовой банке и перед употреблением взбалтывают. Для приготовления имитата мутных вод небольшое количество суспензии добавляют в емкость с водопроводной водой и тщательно перемешивают кружкой. При этом надо брать такое количество суспензии, чтобы оптическая плотность полученного имитата не превышала 1,0 ед.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОПТИМАЛЬНОЙ ДОЗЫ КОАГУЛЯНТА ПРИ КОНТАКТНОМ ОСВЕЩЕНИИ ЦВЕТНОЙ ВОДЫ

Общие положения

Контактная коагуляция, т.е. прилипание частиц к поверхности зернистого материала, является разновидностью коагуляционного взаимодействия разнородных частиц. Однако по характеру своего протекания контактная коагуляция имеет ряд важных отличительных особенностей по сравнению с коагуляцией в свободном объеме. Одна из них заключается в том, что доза коагулянта, ещё недостаточная для коагуляции мелких частиц, оказывается достаточной для интенсивного прилипания мелких частиц к крупным.

Процесс контактной коагуляции протекает наиболее полно на первой стадии коагуляции — перикинетической, т.е. сразу же после гидролиза, когда образованы лишь микроагрегаты частиц. Дальнейшее их укрупнение на стадии ортокинетической коагуляции ухудшает процесс прилипания к поверхности зернистого материала.

Реактивы, приборы, посуда

1. Спектрофотометр UNICO 2100.
2. pH-метр.
3. Цилиндр стеклянный на 500 мл.
4. Колбы конические (стеклянные или полиэтиленовые) 500 мл — 14 шт.
5. Воронки полиэтиленовые — 7 шт.
6. Бумажные фильтры — «белая» лента.
7. Колбы конические стеклянные (для титрования) 250 мл.
8. Груши-спринцовки медицинские с мягким носиком.
9. Емкость для хранения имитата цветных вод (ведро или таз).
10. Кружка фарфоровая или полиэтиленовая на 500 мл.

11. Посуда мерная: пипетки 10 мл с делениями на полный слив, бюретки 25 мл с оливой, цилиндры мерные на 100 мл, стаканы мерные на 0,25 л с делениями.

12. Сульфат алюминия х.ч. или ч.д.а. (1 %-й раствор). Навеску в 19,5 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$, соответствующую 10 г безводного сульфата алюминия, помещают в мерную колбу емкостью 1000 мл, растворяют при нагревании в 300...500 мл дистиллированной воды, охлаждают и доводят до метки дистиллированной водой. Хранят в склянке из темного стекла с притертой или резиновой пробкой.

13. Торфяная вытяжка для приготовления имитата природных вод (см. приложение 2).

14. Реактивы для определения щелочности (метилоранж, соляная кислота 0,1 н.).

Ход определения оптимальной дозы коагулянта для обесцвечивания воды на контактных осветителях

В семь конических колб наливают цилиндром по 0,5 л исследуемой воды. Затем в приготовленные пробы вводят дозы коагулянта в интервале, охватывающем предполагаемую оптимальную дозу, через 10–20 мг/л, например по табл. 3.1.

Пробы воды смешивают десятикратным опрокидыванием колб и сразу фильтруют через промытые бумажные фильтры типа «синяя» или «белая» лента. В фильтрате определяют цветность и pH.

Результаты представляют в виде табл. 3.1, по которой строят график зависимости цветности фильтрата от дозы коагулянта $\text{Ц} = f(\text{Д}_\text{к})$. По графику определяют оптимальную дозу коагулянта (начало участка кривой, на котором качество фильтрата практически не зависит от дозы коагулянта).

Количество коагулянта, вводимого в цилиндры для определения оптимальной дозы

Номер цилиндра	Доза коагулянта (по $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$), мг/л	Количество 1 %-го раствора коагулянта, добавляемое в цилиндр, мл
1	10	1,0
2	20	2,0
3	30	3,0
4	40	4,0
5	50	5,0
6	60	6,0
7	70	7,0

Экспериментальные данные для определения оптимальной дозы коагулянта

[illegible]