

Министерство образования и науки Российской Федерации
ФГБОУ ВПО «Удмуртский государственный университет»
Институт гражданской защиты
Кафедра инженерной защиты окружающей среды

АНАЛИЗ ВОДЫ

Методическое пособие



Ижевск
2013

УДК 556.5 (075.8)
ББК 26.222.01я73
А 64

Рекомендовано к изданию учебно-методическим советом УдГУ

Рецензент: кандидат биологических наук, доцент Г.З. Самигулина

Составитель: старший преподаватель кафедры ИЗОС Е.А. Борисова

А 64 Анализ воды: методическое пособие / сост. Е.А. Борисова – Ижевск:
Изд-во «Удмуртский университет», 2013. – 30 с.

Методическое пособие включает методы анализа воды. В пособии представлены 2 раздела: отбор образцов воды на анализ и органолептический анализ воды, химический анализ воды. Пособие рекомендуется к использованию при изучении практического и лекционного материала, написании курсовых работ и рефератов, НИРС, при подготовке докладов к конференциям и семинарам.

Предназначено для студентов бакалавриата направлений 280110 «Природоохранное обустройство территорий» и 280700 «Техносферная безопасность», а также специалистов в области защиты окружающей среды и рационального природопользования.

УДК 556.5 (075.8)
ББК 26.222.01я73

© Сост.: Е.А.Борисова, 2013
© ФГБОУ ВПО «Удмуртский
государственный университет», 2013

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Раздел 1. Отбор образцов воды на анализ и органолептический анализ воды	7
Лабораторная работа № 1. Отбор образцов воды на анализ	7
Лабораторная работа № 2. Определение прозрачности воды	8
Лабораторная работа № 3. Определение цвета воды	10
Лабораторная работа № 4. Определение запаха воды	12
Лабораторная работа № 5. Определение вкуса воды	14
Лабораторная работа № 6. Определение температуры воды	15
Раздел 2. Химический анализ воды	17
Лабораторная работа № 7. Определение кислотности воды	17
Лабораторная работа № 8. Определение окисляемости перманганатным методом	18
Лабораторная работа № 9. Определение сухого остатка (солевого состава)	19
Лабораторная работа № 10. Определение прокаленного остатка	20
Лабораторная работа № 11. Определение сульфатов	20
Лабораторная работа № 12. Определение общей жесткости воды	21
Лабораторная работа № 13. Определение кальция и магния	22
Лабораторная работа № 14. Определение железа колориметрически	23
Лабораторная работа № 15. Колориметрическое определение кремнекислоты с молибдатом	25
Лабораторная работа № 16. Определение хлоридов	26
Список рекомендуемой литературы и интернет ресурсов	

ВВЕДЕНИЕ

Вода является важнейшей составной частью живого организма, в теле взрослого человека она составляет 65–70% его массы. Очень высоко ее содержание в продуктах питания, например в мясе – до 79%, в рыбе – до 85%, в растительных маслах и фруктах – до 78–97%. В составе всех живых организмов планеты в целом содержится лишь вдвое меньше воды, чем во всех реках Земли. Без пищи человек может прожить 65–70 дней, без воды – несколько дней. При потере воды в количестве, равном 6–8% массы тела, наблюдается выраженное обезвоживание организма утрата воды, составляющая 10–20% массы тела, опасна для жизни.

Согласно гигиеническим требованиям к качеству питьевой воды, она должна быть безопасной в эпидемическом отношении, безвредной по химическому составу и обладать удовлетворительными органолептическими свойствами. При гигиенической оценке качества воды используют следующие показатели: наличие патогенных микроорганизмов и возбудителей паразитарных заболеваний; концентрация химических веществ, и в т.ч. радиоактивных; изменение органолептических свойств (наличие запаха, привкуса, окраски, появление пены, пленки, мутности).

В целом неудовлетворительное качество питьевой воды оказывает значительное влияние на состояние здоровья населения. Так, по данным ВОЗ, в развивающихся странах потребление недоброкачественной воды является ежегодно причиной гибели нескольких сотен тысяч человек, Масштабы распространения острых кишечных инфекций (500 млн. случаев в год, причем около 80% заболеваний приходится на развивающиеся страны) связывают с нехваткой или плохим качеством питьевой воды. Различные заболевания могут возникать не только при питье недоброкачественной воды, но и при рекреационном водопользовании, при употреблении немых овощей, выращиваемых на полях орошения, из-за нехватки воды для целей личной гигиены. Установлено, что 1100 млн. людей на Земле не обеспечено доброкачественной водой. Не случайно десятилетняя программа улучшения водоснабжения для обеспечения каждого человека на Земле доброкачественной водой в достаточном количестве выдвинута ВОЗ в качестве глобальной медицинской и социальной задачи для всех стран.

Пособие предназначено для бакалавров, обучающихся по направлению 280110 «Природоохранное обустройство территорий» и 280700 «Техносферная безопасность», и направлено на формирование у бакалавров общекультурных и профессиональных компетенций, закрепленных федеральным государственным образовательным стандартом:

следует этическим и правовым нормам в отношении природы (принципы биоэтики), имеет четкую ценностную ориентацию на сохранение природы и охрану прав и здоровья человека (ОК-1);

умением критически оценивать свои достоинства и недостатки, наметить пути и выбрать средства развития достоинств и устранения недостатков (ОК-2);

умением логически верно, аргументированно и ясно строить устную и письменную речь (ОК-3);

готовностью к кооперации с коллегами, работе в коллективе (ОК-5);

осознанием социальной значимости своей будущей профессии, владением высокой мотивацией к выполнению профессиональной деятельности, способностью находить профессиональные решения, в том числе в нестандартных ситуациях, и готовностью нести за них ответственность (ОК-7);

способностью предусмотреть меры по сохранению и защите экосистемы в ходе своей общественной и профессиональной деятельности (ПК-2);

способностью использовать основные положения и методы социальных, гуманитарных и экономических наук при решении социальных и профессиональных задач, способностью анализировать социально значимые проблемы и процессы, умением использовать нормативные правовые документы в своей деятельности (ПК-4);

способностью проводить изыскания по оценке состояния природных и природно-техногенных объектов для обоснования принимаемых решений при проектировании объектов природообустройства и водопользования (ПК-5);

способностью оперировать техническими средствами при измерении основных параметров природных процессов с учетом метрологических принципов (ПК-6);

способностью принять профессиональные решения при строительстве и эксплуатации объектов природообустройства и водопользования (ПК-11);

способностью организовывать работу малых групп исполнителей с обеспечением требований безопасности жизнедеятельности на производстве (ПК-13);

способностью обеспечивать требуемое качество выполняемых работ (ПК-16);

готовностью участвовать в решении отдельных задач при исследованиях воздействия процессов строительства и эксплуатации объектов

природообустройства и водопользования на компоненты природной среды (ПК-17).

Методическое пособие включает методики проведения органолептического и химического анализа воды. Оно предназначено для методического сопровождения практических работ бакалавров.

В пособии представлено описание лабораторных работ, содержится список литературы и нормативных документов необходимых для проведения анализа. В каждой лабораторной работе имеется: ход анализа, приборы и посуда, методика приготовления реактивов.

При работе с пособием рекомендуется изучить теоретический материал по теме, и затем приступить к выполнению лабораторной работы.

Данное пособие предназначено для выполнения лабораторных работ по курсу «Химия окружающей среды» и «Теоретические основы защиты окружающей среды», так и для выполнения исследовательской части курсовых работ / проектов, дипломных работ / проектов.

Раздел 1. Отбор образцов воды на анализ и органолептический анализ воды

Лабораторная работа № 1. Отбор образцов воды на анализ

Результат анализа воды на 98% зависит от правильности отбора пробы воды из скважины. Ошибка при отборе пробы может внести погрешность в результаты анализа, исчисляемую сотнями процентов. Поэтому, прежде чем наливать в бутылку воду, внимательно ознакомьтесь с правилами отбора проб.

Отбор проб воды может проводиться приглашенным специалистом из лаборатории, или заказчиком самостоятельно. Как правило, испытательные лаборатории анализируют пробы по вероятностным и характеристическим показателям.

Общие рекомендации по отбору проб воды для анализа

Для отбора и хранения проб воды применяют стеклянные или пластмассовые прозрачные бутылки емкостью 1,5 л. Для расширенного анализа воды следует отобрать 3 л. Бутылки и крышки предварительно тщательно моют, ополаскивают не менее трех раз отбираемой для анализа водой.

Место для отбора проб воды выбирается в зависимости от характера водоисточника и целей анализа.

В стандартах ISO 5667-2 и ISO 5667-3 описываются различные методики отбора проб воды и типы сосудов, которые следует для этого использовать, а также режимы консервации образцов, отвечающие анализируемому параметру.

При отборе проб воды в природной среде следует соблюдать ряд предосторожностей:

— речная вода: нужно избегать застойных прибрежных зон; отбирать пробы на открытой воде, в зоне течения, используя для этого подходящие средства (высокие сапоги или лодка, чтобы удалиться от берега; мост и т. п.); по мере возможности отбирать пробы воды в различное время года в целях учета сезонных изменений (паводковые воды, пересыхание рек и т. п.);

— озерная вода (природные озера или искусственные водохранилища): необходимо использовать специальные утяжеленные сосуды для глубинного

отбора проб; нужно заметить, что эти сосуды могут применяться и для отбора проб на водопроводных станциях (например, для отбора образцов слоя осадка); по мере возможности отбирать пробы на уровне будущего водозабора; в случае применения разно уровневых водозаборных сооружений отбирать пробы на различных уровнях, с тем чтобы определить физико-химический и водородный профиль озера или водохранилища в целях выбора уровня водозабора; повторять такую процедуру отбора проб в различное время года для выявления периодов стратификации или начала циркуляции, определения склонности к естественной эвтрофикации и т. п.;

— подземная вода (колодцы или скважины): если сооружение еще не введено в эксплуатацию и даже не оснащено соответствующим оборудованием, следует установить систему пробной откачки и отбирать пробы лишь после того, как будет откачен объем воды, соответствующий такому ее количеству, которое будет отбираться не менее чем за 2 суток работы при проектной производительности; после этого ежедневно отбирать пробы до стабилизации результатов;

— водопроводная вода (скважина, водопроводная станция, водопроводная сеть): для отбора пробы воды нужно открыть водопроводный кран и спускать воду до полной замены всего объема, содержащейся в месте отбора проб, и до стабилизации качества воды; по возможности постоянно держать открытым кран для отбора проб воды исходной или обрабатываемой.

Лабораторная работа № 2. Определение прозрачности воды

Прозрачность - это важный показатель чистоты воды. Под прозрачностью воды понимается ее способность пропускать свет и делать видимыми предметы, находящиеся на определенной глубине. Прозрачность воды определяется количеством содержащихся в ней механических и химических примесей.

Мутная вода всегда подозрительна в эпидемиологическом отношении, так как в ней создается питательная среда для различных микроорганизмов, а значительная мутность препятствует свободному проникновению вглубь водоема солнечных ультрафиолетовых лучей и их бактерицидному действию на микроорганизмы.

Прозрачность питьевой воды должна быть не менее 30 см, а воды плавательных бассейнов - 20 см.

Мутность определяют фотометрически (турбидиметрически – по ослаблению проходящего света или нефелометрически – по светорассеянию в отраженном свете), а также визуально – по степени мутности столба высотой 10–12 см в мутномерной пробирке. В последнем случае пробу описывают качественно следующим образом: прозрачная; слабо опалесцирующая; опалесцирующая; слабо мутная; мутная; очень мутная.

Международный стандарт ИСО 7027 описывает также полевой метод определения мутности (а также прозрачности) воды с использованием специального диска, известного как диск Секки. Этот метод благодаря своей простоте получил распространение в образовательных учреждениях нашей страны. Диск Секки представляет собой диск, отлитый из бронзы (или другого металла с большим удельным весом), покрытый белым пластиком или белой краской и прикрепленный к цепи (стержню, не растягивающемуся шнуру и т.п.). Диск обычно имеет диаметр 200 мм с шестью отверстиями, каждое диаметром 55 мм, расположенными по кругу диаметром 120 мм. При определении мутности с помощью диска его опускают в воду настолько, чтобы он был едва заметен. Измеряют максимальную длину погруженной цепи (шнура), при которой диск еще заметен. Измерения повторяют несколько раз, т.к. возможно мешающее влияние отражения света от водной поверхности. Для значений, меньших 1 м, результат приводят с точностью до 1 см; для значений больших, чем 1 м, – с точностью до 0,1 м. Данный метод удобен тем, что позволяет использовать для анализа мосты, наклоненные над водой деревья, обрывистые берега и др. В некоторых случаях анализ можно проводить и с берега, привязав шнур к длинной палке.

Метод количественного определения мутности и прозрачности основан на определении высоты водяного столба, при которой еще можно визуально различить (прочитать) черный шрифт высотой 3,5 мм и шириной линии 0,35 мм на белом фоне или увидеть юстировочную метку (например, черный крест на белой бумаге).

Отбор проб и подготовка к определению.

Пробы следует отбирать в стеклянные бутылки, закрывать пробками и проводить определение по возможности сразу же после отбора. Если же хранение неизбежно, пробы следует хранить в прохладном темном помещении, но не дольше 24 ч., препятствовать контакту пробы с воздухом и избегать резкого изменения температуры. Если пробы хранятся при охлаждении, их необходимо перед анализом выдержать при комнатной температуре.



Рис. 1. Определение прозрачности воды

Лабораторная работа № 3 Определение цвета воды

Питьевая вода должна быть бесцветной. Окраска воды, как и ее мутность, делает воду неприятной для питья. Совершенно бесцветная вода встречается редко, например в подземных водоносных слоях. В открытых водоемах вода обычно имеет тот или иной оттенок. Желтоватый оттенок чаще всего свидетельствует о наличии в воде солей железа или гуминовых веществ, образующихся в процессе гниения или разложения растительных остатков. Он характерен для воды болот. Зеленоватый цвет воде придают микроводоросли.

Метод визуального определения цветности

Метод основан на визуальном определении цветности анализируемой воды путем сравнения пробы со шкалой цветности.

Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы, материалы: Термометр жидкостный стеклянный диапазоном измеряемых температур от 0°С до 100°С по ГОСТ 28498.

Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³ 2-го класса точности.

Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности.

Пипетки градуированные 2-го класса точности.

Воронки лабораторные.

Устройство для фильтрования проб с использованием мембранных фильтров.

Фильтры мембранные с порами диаметром 0,45 мкм.

Измерительные трубки внутренним диаметром от 16 до 30 мм и длиной не менее 200 мм из бесцветного стекла с незатененным плоским дном и меткой, нанесенной на стенку трубок на расстоянии от 10 до 20 мм ниже верхнего края, или специально изготовленные трубки, например трубки Несслера.

Государственный стандартный образец (ГСО) цветности водных растворов с номинальным значением 500 градусов цветности по хром-кобальтовой шкале и относительной погрешностью аттестованного значения не более 2 % при доверительной вероятности $P = 0,95$, соответствующий требованиям ГОСТ 8.315.

Таблица 1- Шкала цветности

Номинальное значение цветности водных растворов	Шкала цветности										
	5	10	15	20	25	30	35	40	50	60	70
Объем аликвоты ГСО цветности водных растворов, см ³	1	2	3	4	5	6	7	8	10	12	14

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.

П р и м е ч а н и е - растворы шкалы цветности, хранившиеся в холодильнике, перед испытанием необходимо выдержать при комнатной температуре не менее 2 ч.

Растворы платино-кобальтовой шкалы цветности (шкалы Хазена) со значениями цветности от 0 до 70 градусов готовят в соответствии с требованиями ГОСТ 29131.

Мембранные фильтры подготавливают к работе в соответствии с инструкцией по применению.

Подготовка проб анализируемой воды: пробу анализируемой воды фильтруют через мембранный фильтр

Проведение анализа

Измерительную трубку заполняют до метки пробой анализируемой воды. Растворы шкалы цветности вносят в измерительные трубки, заполняя их до метки.

Измерительные трубки с анализируемой пробой воды и растворами шкалы цветности располагают над белой матовой поверхностью под таким углом, чтобы отраженный от поверхности свет проходил вверх через трубки с жидкостями. Проводят сравнение цветности путем визуального осмотра измерительных трубок сверху на расстоянии 25 см от них при рассеянном дневном или электрическом свете, имитирующем дневной свет. Цветность анализируемой пробы воды устанавливают по раствору шкалы цветности водных растворов, наиболее близкому по интенсивности окраски.

Если цветность анализируемой воды составляет более 70 градусов, то исходную пробу воды (объем V_n , см³) разбавляют дистиллированной водой таким образом, чтобы ее цветность после разбавления соответствовала диапазону шкалы цветности. Регистрируют объем разбавленной пробы воды (V_p , см³).

Обработка результатов анализа: значение цветности анализируемой пробы воды u , градусы цветности, устанавливают по действительному значению цветности для раствора шкалы цветности водных растворов или по значению цветности.

Лабораторная работа № 4 Определение запаха воды

Чистая питьевая вода не должна иметь никакого запаха. Любой запах указывает на присутствие в воде либо продуктов биологического распада растительных или животных организмов, либо каких-либо химических соединений, посторонних для питьевой воды. Например, запах сероводорода указывает на возможное наличие в воде патогенных микроорганизмов. Хотя иногда это лишь следствие избыточного количества в воде солей серной кислоты, например сернистого железа. Это чаще всего характерно для определенных минеральных вод. Фенольный, смоляной и другие запахи свидетельствуют о возможном загрязнении воды промышленными сточными водами, запах хлора — об избыточных концентрациях остаточного хлора, используемого для обеззараживания питьевой воды и воды в плавательных бассейнах (выше 0,5—0,6 мг в 1 л воды).

Различают две группы запахов: запахи естественного и искусственного происхождения. Запахи естественного происхождения обусловлены живущими и отмирающими в воде организмами, влиянием берегов, дна,

почв, грунтов. Так, присутствие в воде растительных остатков придает ей землистый, илистый, или болотный запах. Если вода цветет и в ней содержатся продукты жизнедеятельности актиномицетов, то она имеет ароматический запах. Наличие сероводорода придает воде запах тухлых яиц. При гниении органических веществ в воде или загрязнении ее нечистотами возникает гнилостный, сероводородный или фекальный запах.

Обычно характер запаха воды описывается следующими терминами: ароматический (огуречный, цветочный); болотный (кислый, тинистый); гнилостный (фекальный, сточный); древесный, землистый, плесневелый, рыбный, сероводородный, травянистый, неопределенный.

Запахи искусственного происхождения возникают при загрязнении воды промышленными и сельскохозяйственными сточными водами. Их характер определяют по названию тех веществ, запах которых они представляют: фенольный, камфорный, аптечный, хлорный, металлический.

Ход определения при температуре 20 °С

В колбу с притертой пробкой вместимостью 250 — 350 см³ отмеривают 100 см³ испытуемой воды температуры 20 °С, закрывают пробкой, перемешивают, затем колбу открывают и определяют характер и интенсивность запаха.

Ход определения при температуре 60 °С

В колбу отмеривают 100 см³ исследуемой воды, накрывают колбу часовым стеклом и подогревают на водяной бане до температуры 50 — 60 °С. Содержимое колбы несколько раз перемешивают, затем сдвигают стекло в сторону и определяют характер и интенсивность запаха.

Таблица 2 - Оценка интенсивности запаха

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Интенсивность запаха, баллы
Нет	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах не ощущается потребителем, но обнаруживается при лабораторном исследовании	1
Слабая	Запах замечается потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от питья	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

Запах воды не должен превышать 2 баллов. Специфический запах, появляющийся при хлорировании, не должен превышать 1 балла.

При определении запаха должны соблюдаться следующие условия: воздух в помещении, где проводится анализ, не должен иметь никакого запаха; одежда, руки, лицо, волосы наблюдателя не должны иметь отвлекающего запаха, одно и то же лицо не должно длительное время производить определение запаха, так как наступает утомление, привыкание к запахам и притупление обоняния.

Лабораторная работа № 5 Определение вкуса воды

Питьевая вода не должна иметь посторонних привкусов. Вкус воды зависит от ее минерального состава, температуры, концентрации растворенных в ней газов (кислорода и углекислого газа). Кипяченая вода менее вкусна вследствие потери газов и двууглекислых солей кальция и магния. Изменения вкуса воды или появление неприятного вкуса свидетельствуют о возможном наличии в ней органических веществ, продуктов распада различных органических веществ животного или растительного происхождения.

Органолептическим методом определяют характер и интенсивность вкуса и привкуса. Различают четыре основных вкусовых ощущения: соленое, кислое, сладкое и горькое. Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами (щелочной, металлический, хлорный, вяжущий и т. д.). Определение вкуса воды производят только в обеззараженной или заведомо чистой воде при температуре 20 °С. В сомнительных случаях воду подвергают кипячению в течение 5 мин с последующим охлаждением. Исследуемую воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая, задерживают 3 — 5 с.

Интенсивность вкуса и привкуса оценивают по 5-балльной системе:

- 0 баллов — нет вкуса;
- 1 балл — очень слабый;
- 2 балла — слабый;
- 3 балла — заметный;
- 4 балла — отчетливый;
- 5 баллов — очень сильный.

Интенсивность вкуса и привкуса должна быть не более 2 баллов, а при хлорировании не превышать 1 балл. Гигиеническое значение определения запахов и привкусов состоит в том, что при их интенсивности свыше 2

баллов ограничивается водопотребление, интенсивность естественных запахов и привкусов свыше 2 баллов свидетельствует о наличии в воде биологически активных веществ, искусственные запахи и привкусы могут быть показателями загрязнения воды сточными водами.

Лабораторная работа № 6 Определение температуры воды

Наиболее благоприятной для питьевой воды считается температура +7...+12°C. Такая вода эффективнее утоляет жажду, способствует охлаждению слизистой оболочки полости рта и пищевода и вызывает усиление деятельности слюнных желез.

Все органолептические показатели воды характеризуются показателями из двух основных подгрупп. Первые из них, физико-органолептическими, представляют собой совокупность органолептических признаков, которые воспринимаются органами чувств. Вторые, химико-органолептические показатели свидетельствуют о содержании в воде определенных химических веществ, которые способны раздражать соответствующие анализаторы.

Прием воды, имеющей температуру 5° С и ниже, приводит к подавлению желудочной секреции, нарушению пищеварения. Очень холодная вода может привести к местному переохлаждению носоглотки и простудным заболеваниям, особенно если употреблять такую воду в разгоряченном состоянии, например сразу же после тренировочных занятий.

Температура воды имеет большое гигиеническое значение и при купании и плавании. В соответствии с гигиеническими нормативами вода в закрытых плавательных бассейнах (для взрослых) должна иметь температуру +25...+26°C, а для детей - не менее +26 °С. Температура воды в естественных водоемах не нормируется.

Температура воды служит одним из гигиенических показателей ее качества. Чем глубже от поверхности почвы залегает водоносный слой, тем меньше вероятность проникновения в нее различных загрязнителей. Это объясняется как фильтрацией возможных загрязнителей при их прохождении с поверхностными водами через толстые слои почвы, так и за счет наличия в почве водонепроницаемых слоев. Одновременно это сопровождается и снижением температуры воды по мере удаления водоносного пласта от поверхности почвы и определяется как постоянство температуры воды на большой глубине. Вода из глубоких подземных водоносных слоев всегда

имеет более низкую и постоянную температуры, она чище, чем вода из водоносных слоев высокого залегания (расположенных близко к поверхности почвы).

Методика определения температуры воды

Погрузите термометр непосредственно в воду водоема не менее чем на одну треть шкалы и выдержите в погруженном состоянии не менее 5 минут. Не вынимая термометра из воды, произведите отсчет показаний (с точностью до половины минимального деления). Определите температуру воды ($t^{\circ}\text{C}$) в нескольких местах водоема, отстоящих друг от друга не менее чем на несколько сот метров. Рассчитайте разницу в значениях температуры ($t^{\circ}\text{C}$). При наличии впадающих в водоем притоков (сточных канав, ручьев, рек) определите температуру также в зонах смешения воды в местах их впадения в водоем.

Раздел 2. Химический анализ воды

Лабораторная работа № 7 Определение кислотности воды

1. Реактивы

- натр едкий, 0.01 н раствор, готовить из фиксаля, 0,1 н раствор разбавить в 10 раз водой;
- метиловый оранжевый, 0,1 % водный раствор готовить растворением 0,11г метилоранжа в 100 мл горячей воды и охладить до комнатной температуры.

2. Ход анализа.

К 100 мл исследуемой воды добавляют 3 капли раствора метилового оранжевого и при проявлении окрашивания титруют 0,01 н раствором едкого натра до перехода окраски в желтоватую (цвета чайной розы).

Если при добавлении индикатора к воде раствор сразу становится жёлтым, кислотность равна нулю. Для сравнения окраски индикатора следует приготовить «холостую» пробу: добавить к 100 мл дистиллированной воды 3 капли метилового оранжевого.

3. Расчёт

Кислотность К в мг-экв/л вычисляют по формуле:

$$K = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V}$$

где а - кол-во раствора едкого натра, пошедшее на титрование, мл;

N – нормальность раствора едкого натра;

1000 – коэффициент пересчёта миллилитра на литр;

V – объём воды, взятой на анализ, мл.

Лабораторная работа № 8 Определение окисляемости перманганатным методом

1. Реактивы

- Кислота серная, разбавленный раствор:

1 объём 96 %-ной ЧДА прибавляют при перемешивании к 2 объёмам дистиллированной воды. К полученному раствору добавляют 0,01 н раствор перманганата калия до появления слабо-розового окрашивания и кипятят 30 мин, добавляя ещё каплями раствор перманганата калия при исчезновении розовой окраски. Охладить.

- щавелевая кислота, 0,01 н раствор готовить из фиксанала разбавлением в 10 раз;

- калий марганцевокислый;

0,01 н раствор, готовить из фиксанала разбавлением в 10 раз.

2. Ход анализа.

В коническую термостойкую колбу помещают несколько стеклянных шариков («кипелок»), наливают 100 мл пробы, добавляют 5 мл разбавленной серной кислоты, приготовленной по п. 6.1. и с10 мл 0,01 н раствора перманганата. Колбу закрыть химической воронкой, нагреть содержимое до кипения, а затем при слабом кипении выдержать точно 10 мин. Снять колбу с огня, добавить ровно 10 мл раствора щавелевой кислоты и немедленно оттитровать раствором марганцевокислого калия до слабо-розового окрашивания. Температура смеси при титровании не должна падать ниже 80

Для определения титра перманганата калия в ту же колбу после титрования к ещё горячей жидкости приливают 10 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты и снова оттитровывают перманганатом калия до такой же окраски, сохраняющейся в течение 1 мин. Разделив 10 на число миллилитров раствора перманганата калия, израсходованного при втором титровании, получают поправку (k) для приведения концентрации раствора KMnO_7 к точно 0,01 н.

3. Расчёт.

Окисляемость (X) выраженную в мг/л O_2 воды, вычисляют по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot k \cdot 80}{V},$$

где a – общий объём 0,01 н раствора KMnO_4 , израсходованного на титрование 10 мл щавелевой кислоты, мл;

v – общий объём 0,01 н раствора KMnO_4 к точно 0,01 н;

k – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора KMnO_4 к точно 0,01 н;

V – объём анализируемой воды, взятой для определения, мл;

0,08 – экв. кислорода в мг на 1 мл 0,01 н раствора KMnO_4 .

Лабораторная работа № 9 Определение сухого остатка (солевого состава)

1. Ход анализа

Отобрать в мерную колбу 250-500 мл анализируемой воды, отфильтрованной через бумажный фильтр. Поместить фильтрат в фарфоровую или платиновую чашку, прокаленную до постоянного веса, на 2/3 объёма и выпаривать на водяной бане. Добавлять воду по мере выпаривания пока вся вода не выпарится досуха. Дно чашки снаружи обтереть фильтровальной бумагой, смоченной разбавленной соляной кислотой, затем ополоснуть дистиллированной водой. Остаток высушить при 100 °С до постоянного веса в сушильном шкафу. Остудить в эксикаторе и взвесить на аналитических весах.

2. Расчёт.

Содержание сухого остатка (X) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{V}$$

где m_2 – вес чашки с остатком, мг;

m_1 – вес пустой чашки, мг;

V – объём пробы, взятой на анализ, мл;

1000 - коэффициент пересчёта объёма с миллилитра на литр.

Лабораторная работа № 10 Определение прокаленного остатка

1. Ход анализа.

Чашку с сухим остатком поместить в муфельную печь, нагретую до (800 °С +/-20°С) С, прокалить до постоянного веса. Остудить в эксикаторе, взвесить на аналитических весах. Остаток (X) после прокаливания рассчитать по формуле:

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{V}$$

где m_2 – вес чашки с прокаленным остатком, мг;

m_1 – вес пустой чашки, мг;

V – объём воды, взятой на анализ, мл;

1000 – коэффициент пересчёта с миллилитра на литр.

Лабораторная работа № 11 Определение сульфатов

1. Реактивы

Нитрат свинца 0,02 н раствор. Титр этого раствора устанавливают по стандартному 0,02 н раствору сульфата натрия.

Дитизон. Кристаллический дитизон смешивают с бензойной кислотой в отношении 1:50 и растирают в порошок.

Сульфат натрия 0,02 н раствор. Растворяют 1,4204 г безводного сульфата натрия (для его приготовления кристаллический сульфат натрия ЧДА нагревают в фарфоровой чашке при температуре около 100 °С до тех пор, пока не останется рыхлый белый порошок) и разбавляют дистиллированной водой до 1 л.

Ацетон или этиловый спирт, 96 %-ный чистый.

2. Ход анализа

Пробу воды пропускают через колонку с катионитом в Н-форме для устранения мешающих определению катионов.

Отобрав первые порции фильтрата, отбирают 50-100 мл пробы, переносят в колбу для титрования и упаривают до 10-20 мл.

Прибавляют двойное по объёму количество ацетона или этилового спирта (20-40) мл и порошок дитизона в таком количестве, чтобы раствор стал зелёным. Затем подогревают до (50 °С +/-5°С) и титруют раствором нитрата свинца, прибавляя его из микробюретки, до перехода зелёной окраски в красно-фиолетовую.

3. Расчёт

Содержание сульфат-ионов (х) мг/л вычисляют по формуле:

$$X = \frac{a \cdot k \cdot 0,02 \cdot 48,03 \cdot 1000}{V} = \frac{a \cdot k \cdot 960,6}{V}$$

где а – объём израсходованного на титрование 0,02 н раствора нитрата свинца, мл;

к – поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора нитрата свинца к точно 0,02 н;

V – объём пробы взятой для определения, мл;

48,03 – эквивалент SO_4^{4-}

1000 – коэффициент пересчёта с миллилитра на литр.

Лабораторная работа № 12 Определение общей жесткости воды

1. Реактивы

- аммоний хлористый;
- аммиак, 25% водный раствор.

Буферный раствор готовить следующим образом:

5,4 г аммония хлористого растворить в 20 мл воды, добавить 35 мл 25% раствора аммиака и довести объём раствора до 100 мл.

-трилон Б 0,05 н раствор готовить из фиксанала или растворением 9,3065 г трилона Б в 1000 мл дистиллированной воды.

-индикатор эриохром черный, раствор индикатора (0,20 г эриохрома черного в 100 мл этилового спирта) или сухая смесь (0,5 г эриохрома черного растереть с 100 г хлористого натрия).

2. Ход анализа

Отобрать мерной колбой 100 мл анализируемой воды в коническую колбу ёмкостью 250 мл, прибавить 5 мл буферного раствора, 2-3 капли раствора или смеси на кончике ножа индикатора эриохрома черного. Оттитровать раствор при энергичном взбалтывании 0,05 раствором трилона Б до перехода окраски раствора от сиренево-розового до сине-зелёного.

3. Расчёт

Содержание общей жёсткости (X) в миллиграммах эквивалент на литр рассчитать по формуле:

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V} \text{ мг – экв/л,}$$

где а – количество раствора трилона Б, пошедшее на титрование, мл;

Н – нормальность раствора трилона Б;

V – объём воды, взятой для анализ, мл;

1000 – коэффициент пересчёта с миллилитра на литр.

Лабораторная работа № 13 Определение кальция и магния

1. Реактивы

- трилон Б, 0,05 н раствор, готовить из фиксанала;
- натр едкий, 1 н раствор готовить из фиксанала или растворением 40 г едкого натра ч.д.а. в 1 л дистиллированной воды;
- мурексид, твёрдая смесь: 0,1 мурексида (пурпурата аммония) растереть с 50 г хлорида натрия ч.д.а.

2. Ход анализа

В колбу для титрования собрать пипеткой 100 мл пробы, добавить 10 мл 1 н раствора едкого натра, на кончике шпателя мурексида и титровать трилоном Б до перехода окраски индикатора от оранжевого до фиолетового.

3. Расчёт

Содержание кальция (Ca) в миллиграммах эквивалент на литр рассчитать по формуле:

$$Ca = \frac{a * N * 1000}{V} \text{ мг – экв/л,}$$

где а – объём раствора трилона Б, пошедшее на титрование;

Н – нормальность раствора трилона Б;

1000 – коэффициент пересчёта с мл на л;

V – объём воды, взятой на анализ.

Mg=Ж – Ca, мг – экв/л,

где Ж – общая жёсткость воды

Ca – содержание кальция

Лабораторная работа № 14 Определение железа колориметрическим методом

1. Реактивы

Железо-аммонийные квасцы.

Гидроксиламин солянокислый, 10 %-ный раствор.

Фенантролин солянокислый, 0,5 %-ный раствор. Хранят в тёмной бутылке на холоде.

Стандартный раствор железа:

а) запасной р-р: растворить 0,8634 г железо-аммонийных квасцов Fe (NH₄) (SO₄)*12H₂O в мерной литровой колбе в небольшом количестве дистиллированной воды, добавить 10 мл серной кислоты (уд. вес 1,84 г/см³) довести объём до 1 л. 1мл раствора содержит 0,1 мг железа

б) рабочий стандартный р-р готовить разбавлением запасного раствора в 20 раз (50,0 мл запасного стандартного раствора разбавить до 1 л дистиллированной водой). 1 мл рабочего раствора содержит 0,005 мг железа.

Каждый раз готовить свежий раствор.

2. Калибровочная кривая. Построение.

В мерные колбы емкостью 50 мл отмеривают от 0 (холостой раствор) до 20 мл рабочего стандартного раствора железа, добавляют 1 мл раствора солянокислого гидроксилamina, 1 мл раствора ортофенантролина, дают постоять 5-10 мин и доводят до 50 мл дистиллированной водой.

В приготовленной таким путём серии растворов содержится 0,1; 0,5; 1,0; 2,0 мг/л железа. Измерить оптическую плотность растворов на фотоколориметре с зелёным светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм. Вычитают оптическую плотность холостой пробы. Полученные значения наносят на график против соответствующих концентраций железа в мг/л. Калибровочный график строить 1 раз в месяц.

3. Ход определения

В мерную колбу емкостью 50 мл помещают 5-10 мл анализируемой пробы (в зависимости от содержания железа). Прибавляют 1 мл раствора солянокислого гидроксилamina, 1 мл раствора ортофенантролина, дают постоять 5-10 мин, разбавляют дистиллированной водой до 50 мл и перемешивают.

Измеряют оптическую плотность раствора, из которой вычитают оптическую плотность холостой пробы. Результаты определения находят по калибровочной кривой.

4. Расчёт

Содержание железа (Fe) в мг/л вычисляют по формуле:

$$\text{Fe} = \frac{c \cdot 50}{V},$$

где c – концентрация железа, найденная по калибровочной кривой, мг/л;

V – объём пробы, взятой для определения, мл.

Лабораторная работа № 15 Колориметрическое определение кремнекислоты с молибдатом

1. Реактивы

Молибдат аммония, 10 %-ный раствор:

Растворить 10 г $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ в слегка подогретой дистиллированной воде при перемешивании и разбавить до 100 мл. Если нужно, отфильтровать.

Соляная кислота ЧДА, разбавленная (1:1).

Щавелевая кислота, 10 %-ный раствор: 10 г $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, ч.д.а., растворить в дистиллированной воде при перемешивании и разбавить до 100 мл.

Силикат натрия, стандартный раствор:

а) запасной: растворить 4,73 г Na_2SiO_3 ЧДА в свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной воде и довести до 900 мл. Содержание SiO_2 в этом растворе определить весовым методом. Разбавить раствор так, чтобы 1 мл его содержал 1 мг SiO_2

б) рабочий: 50 мл запасного стандартного раствора разбавить свежeproкипяченной и охлажденной дистиллированной водой до 1 л

1 мл раствора содержит 0,05 мг SiO_2 .

2. Построение калибровочной кривой

В несколько колб по 50 мл налить 0-1, 0-2, 0 до 20 мл рабочего раствора и долить дистиллированной водой до 50 мл. Приготовленные т.о. растворы содержат 0-1, 0-2, 0 до 20 мг SiO_2 в 1 л. Обработать растворы описанным ниже способом. Измерить оптическую плотность, и, найдя значение для холостого определения, построить график зависимости оптической плотности от концентрации SiO_2 .

3. Ход определения

В колбу на 50 мл налить 50 мл прозрачной пробы. Прибавить 2 мл раствора молибдата и перемешать. Затем добавить 1 мл соляной кислоты и снова перемешать. Через 5 мин прибавить 1,5 мл раствора щавелевой кислоты и измерить оптическую плотность на фотоколориметре с красным светофильтром в кювете с толщиной слоя 50 мм.

4. Расчёт

Содержание кремнекислоты (SiO_2) в мг/л вычислить по формуле:

$$\text{SiO}_2 = \frac{c \cdot 50}{V}$$

где c – концентрация SiO_2 , найденная по калибровочной кривой сравнением со стандартами, мг/л;

V – объём анализируемой пробы, мл.

Лабораторная работа № 16 Определение хлоридов

1. Реактивы

Серебро азотнокислое, 0,01 н раствор готовить следующим образом : 11,7 г AgNO_3 поместить в мерную колбу емкостью 1000 мл, растворить в бидистилляте и довести до 1л.

Титр раствора определяют титрованием 10 мл 0,01 раствора NaCl в присутствии 5-6 капель 5 %-ного раствора калия хромовокислого до появления оранжевого оттенка раствора. Нормальность раствора серебра рассчитать по формуле:

$$P_{\text{Ag}} = \frac{V_1 \cdot N_1}{V}$$

где V_1 – объём раствора натрия хлористого, мл;

N_1 – нормальность раствора натрия хлористого, мл;

V – объём раствора серебра азотнокислого, пошедший на титрование, мл.

Натрий хлористый, 0,01 н раствор, готовить из фиксаляла.

Калий хромовокислый, 5% раствор.

Растворить 50 г $\text{K}_2\text{C}_2\text{O}_4$ ЧДА в небольшом объёме бидистиллята и прибавить раствор нитрата серебра до начала образования красного осадка. После двухчасового отстаивания раствор отфильтровать и довести бидистиллятом до 1 л.

2. Ход анализа

Отобрать мерной колбой ёмкостью 100 мл анализируемой воды в колбу ёмкостью 250 мл, прилить 5 капель 5 %-ного раствора калия хромокислого и оттитровать раствором серебра азотнокислого до перехода лимонно-жёлтой окраски в оранжево-жёлтую.

3. Расчёт

Содержание хлорида (Cl) в мг-экв/л рассчитать по формуле:

$$Cl = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V}$$

где a – количество раствора серебра азотнокислого, пошедшее на титрование анализируемой воды, мл;

N – нормальность раствора серебра азотнокислого;

1000 – коэффициент пересчёта объёма, с миллилитра на литр;

V – объём воды, взятой на анализ.

Список рекомендуемой литературы

Основная литература.

1. Зилов Е.А. Гидробиология и водная экология (организация, функционирование и загрязнение водных экосистем): учебное пособие. - Иркутск: Иркут. ун-т, 2008. - 138 с.
2. Мидоренко Д.А., Краснов В.С. Мониторинг водных ресурсов: Учебное пособие. - Тверь: Тверской гос. ун-т, 2009. - 77 с.
3. Новиков А.В., Женихов Ю.Н. Улучшение качества природных и очистка сточных вод: Учебное пособие. Ч.1. - Тверь: ТГТУ, 2006. - 112 с.

Дополнительная литература.

1. Авакян А.Б., Санин М.В. и Эльпинер Л.И. Опреснение воды в природе и народном хозяйстве. М., 1987;
2. Беличенко Ю.П., Швецов М.М. Человек и вода. М., 1979;
3. Гигиеническая оценка вредных веществ в воде, под ред. Г.Н. Красовского, М., 1987;
4. ГОСТ 2874-82 Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством. 1982;
5. ГОСТ Р 52029-2003 Вода. Единица жесткости;
6. ГОСТ Р 51232-98 Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества;
7. ГОСТ Р 4011-72 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа;
8. ГОСТ Р 4151-72 Вода питьевая. Метод определения общей жесткости;
9. ГОСТ Р 4245-72 Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов;
10. ГОСТ Р 4389-72 Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов;

11. ГОСТ Р 18164-72 Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка;
12. Львович М.И. Вода и жизнь: Водные ресурсы, их преобразование и охрана. М., 1986;
13. Руководство по гигиене водоснабжения, под ред. С.Н. Черкинского, М., 1975;
14. Руководство по контролю качества питьевой воды, пер. с англ., М., ВОЗ, 1986;
15. СанПиН 2.1.4.559-96 Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества. 1996;
16. Технические записки по проблемам воды, пер. с англ., под ред. Т.А. Карюхиной и И.Н. Чурбановой, М., 1983;
17. Шевелев Ф.А. и Орлов Г.А. Водоснабжение больших городов зарубежных стран, М., 1987.

Периодические издания

1. Журнал «Вода и экология: проблемы и решения» - URL: <http://wemag.ru/>
2. Журнал «Экология и промышленность России» - URL: <http://ekologprom.ru/>
3. Журнал «Экология и Гигиена воды» - URL: <http://www.ecolife.ru/>
4. Журнал «Экология производства» - URL: <http://www.ecoindustry.ru/>
5. «Вода: химия и экология» всероссийский научно-практический журнал - URL: <http://watchemec.ru/>

Интернет-ресурсы

1. <http://all-gigiena.ru/lit/502-organolepticheskie-svoystva-vody>
2. <http://www.smoly.ru/otbor-prob-vody.html>
3. http://ctcentr.ru/index.php?option=com_content&view=article&id=17&Itemid
4. <http://technomag.edu.ru/doc/66716.html>
5. www.ekologichno.ru

6. <http://www.ekologichno.ru>

7. <http://www.eco-waters.ru>

Электронно-библиотечные системы (ЭБС)

1. Информационная система "Единое окно доступа к образовательным ресурсам" <http://window.edu.ru/>
2. "Русская виртуальная библиотека" www.rvb.ru
3. "Bookz.ru" - электронная библиотека www.Bookz.ru
4. Электронно-библиотечная система IQlib www.iqlib.ru
5. ЭБС «КнигаФонд» <http://www.knigafund.ru/>

Учебное издание

Составитель: Борисова Елена Анатольевна

АНАЛИЗ ВОДЫ

Методическое пособие

Авторская редакция

Подписано в печать _____. Формат 60×84 1\16
Печать офсетная. Усл.печ.л 4,41. Уч.-изд.л.4,2.
Тираж 30 экз. Заказ № _____.

Издательство «Удмуртский университет»
426034, г. Ижевск, ул. Университетская, 1, корп. 4, каб. 207
Тел./факс: +7(3412) 500-295, e-mail: editorial@udsu.ru