

Саламатова Т.В., Лонг Л.И., Трефилова Т.В.

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Для выполнения лабораторных работ по курсу «Экология»

Специальность 090600-«Разработка и эксплуатация нефтяных и газовых скважин»

Специальность 090800-«Бурение нефтяных и газовых скважин»

Ижевск 2008 г.

Федеральное агентство по образованию

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования

«Удмуртский государственный университет»

Нефтяной факультет

Кафедра разработки и эксплуатации нефтяных и газовых месторождений

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ

Для выполнения лабораторных работ по курсу «Экология»

Специальность 090600-«Разработка и эксплуатация нефтяных и газовых месторождений»

Специальность 090800-«Бурение нефтяных и газовых скважин»

Ижевск 2008 г.

УДК 574 (07)

ББК 20.1 р 30

М 545

Составители: Саламатова Т.В., кандидат технических наук, Лонг Л.И. зав. нефтехимической лаборатории., Трефилова Т.В., старший преподаватель кафедры РЭНГМ.

Саламатова Т.В., Лонг Л.И., Трефилова Т.В. Экология. Методические указания для выполнения лабораторных работ. УдГУ. Ижевск, 2008г.

В методическом указании изложены вопросы, касающиеся определения свойств почвы и качества воды. Описано лабораторное оборудование для проведения исследований.

Правила по технике безопасности при работе в химической лаборатории.

К работе в химической лаборатории допускаются лица, прошедшие инструктаж по охране труда и технике безопасности на рабочем месте.

1. Пребывание студентов в лаборатории разрешается только в присутствии преподавателя.
2. Перед началом лабораторной работы необходимо привести в порядок свое рабочее место, убрав все лишнее.
3. Все работы в лаборатории должны проводиться в хлопчатобумажном халате, а в некоторых случаях необходимо использовать резиновые перчатки и защитные очки.
4. При всех работах следует соблюдать максимальную осторожность, помня, что неаккуратность, невнимательность, недостаточное знакомство с приборами и свойствами веществ, с которыми ведется работа, может повлечь за собой несчастный случай.
5. Химические опыты проводить с таким количеством вещества и концентрациями, в такой посуде и приборах и в таких условиях, которые указаны в руководствах.
6. Не ставить ни одного опыта и не пускать в дело ни одного прибора без предварительной проверки.
7. Не производить никаких опытов с нечистой посудой.
8. Не оставлять никаких веществ без этикеток или надписей.
9. Никаких веществ в лаборатории не пробовать на вкус.
10. Нюхать какие-либо вещества в лаборатории необходимо с осторожностью, не наклоняясь над сосудом и не вдыхая полной грудью, а направляя к себе пары или газ движением руки.
11. Не наклоняться над сосудом, в котором что-нибудь кипит или наливается какая-нибудь жидкость, особенно едкая.
12. Для засасывания жидкости в пипетку и вообще при работе с пипеткой необходимо пользоваться резиновой грушей.

13. Пробирку, в которой нагревается жидкость, держать отверстием в сторону от себя.

14. Остатки опасных веществ не выбрасывать в мусорные ящики или раковины, а тщательно собирать в предназначенные для этого сосуды.

15. Всякий прибор перед опытом должен быть проверен.

16. После окончания работы привести в порядок рабочее место, убрать все химические реактивы. Отработанные растворы реактивов слить в стеклянную тару с крышкой для их последующего уничтожения.

Оформление лабораторных работ.

Каждый студент оформляет в тетради для лабораторных работ ее результаты по форме:

- 1) дата выполнения;
- 2) название лабораторной работы и ее номер;
- 3) название опыта
- 4) уравнение реакций, наблюдения, расчеты, таблицы, графики;
- 5) выводы.

Лабораторный журнал заполнять в процессе выполнения работы.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №1

СОСТАВ И СВОЙСТВА ПОЧВЫ

Цель работы: Исследование состава и свойств почвы.

Материалы и оборудование:

- 1.Пробы почвы.
- 2.Пробирки
- 3.Химические стаканы
- 4.Спиртовка
- 5.Предметные стекла
- 6.Набор сит
- 7.Хлорид калия- 0,1н р-р
- 8.Электромагнитная лабораторная просеивающая машина

Ход работы :

1. Подготовка образца пробы к анализу.

Образцы почвы, поступающие на анализ, доводят до воздушно-сухого состояния. Пробу на анализ отбирают, предварительно перемешав почву на всю глубину пакета или коробки.

Из пакетов почву высыпают на ровную поверхность, тщательно перемешивают, распределяя слоем не более 1см. Пробу на анализ отбирают не менее чем из пяти мест. Масса пробы 100г.

2. Определение гранулометрического состава.

Отобранную пробу взвешивают на технических весах. Пробу помещают в набор сит (верхнее сито). Встряхивающий аппарат с набором сит включают на 15 минут и по истечении этого срока отдельные фракции почвы с каждого сита ссыпают на бумагу и взвешивают каждую фракцию на технических весах.

Результаты определения гранулометрического состава представляют в виде таблицы распределения почвы по размерам и процентному содержанию.

Смешивают все фракции вместе для последующего исследования.

3. Определение наличия влаги в почве.

Пробу почвы помещают в сухую пробирку и нагревают на спиртовке. Что наблюдают?

4. Определение частиц органического и неорганического происхождения.

Пробу почвы опускают в стакан с водой и перемешивают. Ожидают пока вода отстоится. Все ли частицы осели на дно?

5. Определение pH и приготовление солевых вытяжек из почв.

Пробу почвы массой 30г пересыпают в стакан или колбу. К пробе приливают по 75г мл экстрагирующего раствора. В качестве него используется 1н раствор хлорида калия (КС1).

Почву с раствором перемешивают в течение 1 мин.

После отстаивания суспензии производят определение pH раствора с использованием универсальной индикаторной бумаги, опустив ее в стакан или нанеся на листок бумаги каплю полученного раствора.

Полученные результаты записывают в таблицу.

Определение pH можно провести и в водной вытяжке, метод ее приготовления см. п.6..

Для сравнения произвести определение pH в водной вытяжке, полученные результаты записать в таблицу.

6. Определение хлорид-иона в водной вытяжке.

Приготовление водной вытяжки. Пробы почвы массой 30г помещают в химические стаканы или конические колбы

К пробам приливают 150 мл дистиллированной воды и перемешивают в течение 3 мин и оставляют на 5 мин для отстаивания.

Часть фильтрата сливают и используют для определения рН с применением универсальной индикаторной бумаги.

Материалы и реактивы.

1. Пипетки, бюретки
2. Посуда мерная
3. Колбы конические
4. Калий хромовокислый, 10% раствор
5. Серебро азотнокислое, 0,02н раствор
6. Вода дистиллированная

7. Проведение анализа

Пробу водной вытяжки объемом 10мл отбирают пипеткой в чистую коническую колбу, приливают 20мл дистиллированной воды и 1мл раствора хромовокислого калия и титруют раствором азотнокислого серебра до перехода окраски от желтой к красно-бурой.

8. Расчеты.

Количество хлорид-иона в мг на 100г почвы вычисляют по формуле:

$$X = \frac{V \cdot C \cdot 500}{V_1} \cdot 35,5 \text{ мг} / 100 \text{ г почвы, где}$$

V - объем раствора азотнокислого серебра, пошедшего на титрование

C – концентрация азотнокислого серебра

500 – коэффициент пересчета на 100г почвы

V₁-объем пробы водной вытяжки, мл;

35,5 – молярная масса эквивалента хлора

Состав и свойства почвы

Таблица 1

Объект исследования	Навеска	Гранулометрический состав			Наличие влаги	Органические и неорганические частицы	рН солевой вытяжки	рН водной вытяжки	Хлорид-ион, мг/100 г
		Размер частиц, мм	Кол-во, г	%					
Почва	100 г								

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2

АНАЛИЗ КАЧЕСТВА ВОДЫ

Качество воды характеризует ее прозрачность, мутность, цвет, запах, реакция среды, содержание растворенных солей и др.

Цель работы.

Дать характеристику качества воды, взятой из разных источников.

Материалы и оборудование.

- 1.Пробы воды
- 2.Химические стаканы
- 3.Конические колбы
- 4.Бюретки, пипетки
- 5.Часовые и предметные стекла

Ход работы.

1. Ознакомьтесь с таблицей в конце методики и начните заполнять ее по мере изучения проб воды.
2. Запишите, из какого источника взята вода.
3. Налейте в химический стакан эту воду и рассмотрите ее на свет. Определите ее прозрачность. Вода может быть: прозрачной, слабо мутной, сильно мутной. Запишите результаты в таблицу.
4. Определите цвет воды .Для этого поднесите стакан к белому листу бумаги. Цвет воды может быть: бурый, светло-коричневый, желтый, светло-желтый, зеленоватый, бесцветный. Запишите результаты в таблицу.
5. Определите запах воды и его интенсивность. Естественный запах может быть болотным, глинистым, древесным, плесневым, травянистым ,сероводородным. При попадании в воду загрязняющих веществ она может пахнуть бензином, мазутом, хлором, навозом и т.п. По интенсивности запах может быть : слабый (он обнаруживается, если обратить на него внимание), заметный (легко обнаруживается),

отчетливый (обращает на себя внимание), сильный (делает воду непригодной для питья). Запишите результаты в таблицу.

Питьевая вода не должна иметь запаха.

6. Определите наличие осадка в сосуде с водой и опишите его (хлопьевидный слизистый, хлопьевидный желто-коричневый, плотный белый, плотный желтоватый или бурый, сероватый, песок, глина, растительные остатки). Результаты запишите в таблицу.

7. Определите реакцию водной среды с помощью универсального индикатора.

Капните исследуемой водой на кусочек универсальной индикаторной бумаги. Сравните полученный цвет воды со шкалой рН, определите и запишите реакцию среды.

8. Определите наличие растворенных солей.

Подготовьте для работы часовые или предметные стекла. Нанесите на них по несколько капель исследуемых вод, в том числе для сравнения-дистиллированной. Выпарите воду со стекол и сравните их. Чем больше белого налета, тем больше растворенных солей в исследуемой воде. Результаты отметьте в таблице.

9. Сделайте оценку качества воды по содержанию ионов кальция и магния, а также карбонатов и гидрокарбонатов.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Объемное определение карбонат- и гидрокарбонат-ионов в воде.

Количественное определение карбонат- и гидрокарбонат- ионов в природных водах и рассолах имеет широкое практическое значение:

- при выяснении качества вод, предназначенных для заводнения нефтяных пластов;
- при оценке качества вод питьевого водоснабжения;
- при проведении проектно-изыскательских работ, связанных со строительством,

Щелочность природных вод обусловлена гидролизом карбонатов и гидрокарбонатов щелочных и щелочно-земельных металлов, а также солей других слабых кислот (кремневой, борной, фосфорной и др.), обычно присутствующих в водах.

В результате гидролиза солей слабых кислот в растворе появляются гидроксильные ионы, сообщающие раствору щелочную реакцию.

Предельное количество гидроксильных ионов эквивалентно суммарному содержанию анионов слабых кислот, в связи с чем это последнее условно называется общей щелочностью раствора. Общая щелочность выражается количеством мг-экв. Сильной кислоты, необходимым для нейтрализации данного раствора до $pH = 3,9$ (точка перехода окраски индикатора метилового оранжевого).

Раздельное определение CO_3^{2-} и HCO_3^- основано на различном pH растворов, содержащих эти ионы, а следовательно, на различном поведении Индикаторов фенолфталеина и метилового оранжевого.

В водах, содержащих CO_3^{2-} , фенолфталеин окрашивается в розовый или малиново-красный цвет; HCO_3^- не вызывает окраски этого индикатора. Метилоранжевый в присутствии как карбонатного, так и гидрокарбонатного ионов в растворе дает желтую (щелочную) окраску.

Если исследуемая проба после добавления фенолфталеина приобретает красное окрашивание, то в ней следует определить содержание как CO_3^{2-} , так и HCO_3^- . Если фенолфталеин не дает окраски, то карбонатного иона в растворе нет и определению подлежит лишь HCO_3^- .

Следовательно, содержание CO_3^{2-} в исследуемом растворе может быть определено титрованием раствором HCl до исчезновения розовой окраски фенолфталеина; последующим титрованием той же порции раствора в присутствии метилового оранжевого может быть определено содержание HCO_3^- . Титрование отдельной навески раствора с метиловым оранжевым дает общую сумму карбонатного и гидрокарбонатного ионов.

Сущность метода.

Метод определения карбонат- и гидрокарбонат-иона основан на нейтрализации исследуемого раствора 0,1н раствором соляной кислоты сначала по индикатору фенолфталеину, а затем по индикатору метиловому оранжевому.

Реактивы и растворы.

1. Фенолфталеин, 1% раствор
2. Метиловый оранжевый, 0,1% раствор
3. Кислота соляная, 0,1н раствор

Проведение определения.

50мл исследуемой пробы отмеряют пипеткой в стакан или колбу Эрленмейера, прибавляют 5 капель 1% раствора фенолфталеина и при наличии розового окрашивания осторожно по каплям титруют 0,1н раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Отмечают объем израсходованной кислоты. Далее к тому же раствору прибавляют 4 капли индикатора метилового оранжевого и титруют 0,1 н раствором соляной кислоты до перехода желтой окраски в оранжево-розовую. Отмечают объем израсходованной кислоты.

Если после прибавления к воде фенолфталеина в ней не появляется розовое окрашивание, то прибавляют метиловый оранжевый и определяют содержание гидрокарбонат-ионов как указано раньше.

Расчет содержания карбонатного (X) и гидрокарбонатного (Y) ионов в мг/л производится по следующим формулам:

$$X = \frac{2V_1 \cdot 30 \cdot H \cdot 1000}{V}$$

$$Y = \frac{(V_2 - V_1) \cdot 61 \cdot 1000 \cdot H}{V}$$

Где: V-навеска исследуемой пробы, мл;

V₁-объем 0,1н раствора HCl, израсходованного на титрование с фенолфталеином, мл;

V₂-объем 0,1 Н раствора HCl, израсходованного на титрование с метиловым оранжевым;

30-эквивалентный вес CO₃²⁻;

61-эквивалентный вес HCO₃⁻;

H-нормальность соляной кислоты.

Полученные результаты занесите в таблицу 2.

.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Определение содержания в воде кальция и магния

(жесткость)

Кальций и магний всегда присутствуют в природных водах. В пластовых водах нефтеносных комплексов Прикамья содержание кальция достигает 44г/л, магния – 14г/л.

Знание содержания этих компонентов в воде помогает решать различные геохимические вопросы. Инженерная гидрогеология, хозяйственно-питьевое водоснабжение и многие другие отрасли народного хозяйства используют данные по содержанию кальция и магния.

Сущность метода

Метод основан на комплексонометрическом титровании трилоном Б кальция и суммы магния и кальция из разных навесок. Магний вычисляется из разности между вторым и первым определением.

Кальций оттитровывается при $pH = 12$ с индикатором мурексидом, сумма кальция и магния – при $pH = 10$ с индикатором хромоген-черным.

Реактивы и растворы.

1. Трилон Б - 0,05н раствор.
2. Кислота соляная (1:3)
3. Аммиачный буферный раствор.

Готовится следующим образом: 20г. хлористого аммония (х.ч.) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 100мл 25%-ного раствора аммиака и доводят до 1л дистиллированной водой.

4. Индикаторная бумага КОНГО.
5. Индикатор хромоген черный ЕТ-00. Индикатор растирается с калием хлористым в соотношении 1:100. Хранится индикатор в темной склянке с притертой пробкой.
6. Индикатор мурексид. Индикатор растирается совместно с калием хлористым в соотношении 1:100. Хранится в темной склянке с притертой пробкой.

7. Калий едкий, 25% раствор.

Определение кальция.

Величины навесок в зависимости от удельных весов проб воды указаны в таблице.

Удельный вес, г/л	Навеска, мл
1,000	100
1,0003 - 1,008	10
1,008 - 1,02	5
1,02 - 1,06	2
1,06 - 1,12	1
1,12 - 1,18	0,5

В коническую колбу на 250 мл помещают навеску исследуемой воды, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, нейтрализуют соляной кислотой (1: 3) по бумаге конго (избытка кислоты не допускать !), кипятят 3 мин., охлаждают, прибавляют 4мл 25% раствора КОН. Если после прибавления щелочи выпадает белый осадок гидроокиси магния, навеску нужно уменьшить. Затем прибавляют в качестве индикатора 0,2 – 0,3г сухой смеси мурексида с калием хлористым. Окрасившийся раствор медленно титруют 0,05н раствором трилона Б при постоянном помешивании титруемого раствора до изменения розовой окраски в фиолетовую

Расчет содержания кальция в воде:

$$Y = \frac{a * N * 1000}{V}$$

Где Y-содержание Ca^{2+} , мг-экв/л

a-количество трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

N-нормальность трилона Б;

V-объем исследуемой пробы, мл.

Содержание Ca, мг/л (C_1) рассчитывается по следующей формуле:

$$C_1=20,04*Y$$

Где 20,04-эквивалентный вес кальция.

Определение магния в воде.

В коническую колбу на 250мл помещают навеску исследуемой воды (навеска воды для определения магния должна быть в 2 раза меньше навески, взятой для определения кальция), разбавляют дистиллированной водой до 100мл, нейтрализуют соляной кислотой (1:3) по бумаге конго (избытка кислоты не допускать!). Подкисленную пробу кипятят 3мин. К охлажденному раствору приливают 5мл аммиачного буферного раствора. Затем прибавляют в качестве индикатора 0,1г сухой смеси хромоген-черного с калием хлористым. Окрасившийся раствор медленно титруют 0,05н раствором трилона Б до перехода окраски из винно-красной в синюю с зеленым оттенком. Если окраска раствора после прибавления индикатора отклонилась от нормальной, то принимают меры к устранению мешающих элементов. Для получения точных результатов рекомендуется отбирать навески, предварительно разбавив пробу. Например, при плотности воды от 1,12 до 1,18г/см, чтобы получить навеску равную 0,5мл, нужно 10мл пластовой воды разбавить до 500мл в мерной колбе и из разбавления отобрать 25мл. Из этих же разбавлений можно брать навески для определения иона хлора.

Расчет содержания магния в воде:

$$X=\frac{a * N * 1000}{V}$$

Где X-содержание суммы $Ca^{2+}+Mg^{2+}$, мг-экв/л (общая жесткость);

a-количество трилона Б, пошедшего на титрование, мл;

V-объем исследуемой пробы;

N-нормальность трилона Б.

Зная общую жесткость воды X (мг-экв/л) и содержание кальция Y (мг-экв/л) рассчитывают содержание магния, мг/л (C_2).

$$C_2=(X-Y) * 12,16$$

Где 12,16-эквивалентный вес магния.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

Определение хлоридов в пластовых и природных водах.

Настоящая методика устанавливает количественное определение массовой концентрации хлора в пластовых и природных водах в диапазоне от 10,0 до 250 мг/л титриметрическим методом без разбавления.

Если массовая концентрация хлоридов в анализируемой пробе превышает верхнюю границу, то допускается разбавление пробы дистиллированной водой таким образом, чтобы концентрация хлоридов соответствовала регламентированному диапазону.

Сущность метода.

Титриметрический метод определения массовой концентрации хлоридов в воде основан на образовании труднорастворимого осадка хлорида серебра при прибавлении раствора к анализируемой воде. После полного осаждения хлоридов избыток ионов серебра реагирует с индикатором хроматом калия с образованием красновато-оранжевого осадка хромата серебра. Титрование проводят в нейтральной или слабощелочной среде (pH 7-10), поскольку в кислой среде не образуется хромат серебра, а в сильно-щелочной- возможно образование оксида серебра.

Аппаратура, реактивы и растворы

1. Колбы конические вместимостью 250 см³
2. Колбы мерные вместимостью 100 и 1000 см³
3. Пипетки вместимостью 1 мл и 10 мл
4. Бюретка вместимостью 25 мл
5. Серебро азотнокислое – 0,02 н раствор

Готовят следующим образом: 3,40 г азотнокислого серебра растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора до метки.

6. Калий хромовокислый, 10%-раствор.

10г калия хромовоокислого растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100мл.

Проведение анализа.

В коническую колбу вместимостью 250мл помещают пробу воды, объем которой зависит от предполагаемого содержания хлоридов (см. таблицу).

Ориентировочное содержание хлоридов, мг/л	Рекомендуемый объем пробы, мл
1 – 10	100
10 – 50	100
50 – 100	100
100 – 250	100
250 - 800 или	50
более 800	25

Если объем пробы меньше 100мл, то ее разбавляют до 100мл дистиллированной водой. Добавляют 1мл раствора хромата калия и при непрерывном перемешивании медленно титруют из бюретки рабочим раствором нитрата серебра. При содержании хлоридов 50мг/л и менее для титрования используют раствор нитрата серебра с концентрацией 0,02н, более 50мг/л – 0,05н. При титровании вначале появляется белый осадок $AgCl$. При приближении к концу титрования появляется буроватая окраска, скорость исчезновения которой постепенно замедляется. Конец титрования определяют по неисчезающей при перемешивании оранжевой окраске, появляющейся от одной капли раствора азотнокислого серебра.

Обработка результатов измерений.

Массовую концентрацию хлоридов в анализируемой пробе воды находят по формуле:

$$X = \frac{35,45 * V * H * 1000}{V_1}$$

Где X – массовая концентрация хлоридов в воде, мг/л

V - объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на титрование пробы, мл

N – нормальность раствора азотнокислого серебра

V_1 – объем пробы воды, взятой для определения, мл

35,45 – молярная масса эквивалента хлора

Таблица 2

Характеристики воды	Пробы		Воды	
	Дистиллированная	Водопроводная	Родниковая	Пластовая
1. Из какого источника взята проба				
2. Прозрачность				
3. Цвет				
4. Запах и его интенсивность				
5. Осадок				
6. Реакция среды (рН)				
7. Наличие солей				
8. Содержание кальция, мг/л				
9. Содержание магния, мг/л				
10. Содержание карбонатов, мг/л				
11. Содержание гидрокарбоната в, мг/л				
12. Содержание хлоридов, мг/л				

Список использованной литературы

1. ГОСТ 26423-85 Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, рН и плотного остатка водной вытяжки.
2. ГОСТ 26449.1-85 Титриметрические методы определения хлоридов
3. ПНД Ф 14.1:2.96-97 Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации хлоридов в пробах природных и очищенных сточных вод аргентометрическим методом.
4. ГОСТ 23268,17-78 Методика объемного аргентометрического аргентометрического определения хлоридных ионов в природных водах.
5. ГОСТ 23268,5-78 Методика трилонометрического определения кальция и магния в природных водах.
6. ГОСТ 23268,3-78 Методика объемного определения карбонат и гидрокарбонат-ионов в природных водах