

Министерство образования и науки РФ

Государственное образовательное учреждение  
высшего профессионального образования  
«Ивановский государственный  
архитектурно-строительный университет»

*Кафедра химии и охраны окружающей среды*

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ  
АНАЛИЗА КАЧЕСТВА ВОДЫ**

**Методические указания по выполнению лабораторных работ  
студентами специальности 290800  
«Водоснабжение и водоотведение»  
дневной и заочной форм обучения**

Иваново 2010

Составители: Н.Л. Федосова, М.В. Лосева

УДК 556.114:504.4(076)

***Физико-химические методы анализа качества воды:*** метод. указ. по выполнению лабораторных работ студ. спец. 290800 «Водоснабжение и водоотведение» дневной и заочной форм обучения / Иван. гос. архит.-строит. ун-т; сост.: Н.Л. Федосова, М.В. Лосева. – Иваново, 2010. – 28 с.

Методические указания содержат теоретический материал и лабораторный практикум по физико-химическому анализу качества воды.

***Рецензент***

кандидат технических наук, доцент

***В.Е. Румянцева***

## СОДЕРЖАНИЕ

<b>Предисловие</b> .....	<b>4</b>
<b>Введение</b> .....	<b>4</b>
<b>1. Основные особенности методов анализа сточных вод</b> .....	<b>5</b>
<b>2. Физико-химические методы анализа сточных вод</b> .....	<b>6</b>
2.1. Фотометрические методы анализа .....	7
2.2. Атомно-абсорбционная спектрометрия .....	9
<b>3. Показатели качества воды</b> .....	<b>11</b>
3.1. Концентрация ионов водорода .....	11
3.2. Сухой остаток .....	12
3.3. Щёлочность .....	13
3.4. Кислотность .....	15
3.5. Цвет воды .....	16
3.6. Запах воды .....	18
<b>Лабораторная работа № 1. Определение окраски и запаха анализируемой воды</b> .....	<b>19</b>
<b>Лабораторная работа № 2. Определение сухого и прокалённого остатка</b> .....	<b>21</b>
<b>Лабораторная работа № 3. Определение щёлочности и кислотности сточной воды фотометрическим методом</b> .....	<b>22</b>
<b>Лабораторная работа № 4. Определение концентрации неизвестного окрашенного раствора фотометрическим методом</b> .....	<b>24</b>
<b>Лабораторная работа № 5. Определение содержания сульфат-ионов в воде комплексометрическим методом</b> .....	<b>25</b>
<b>Лабораторная работа № 6. Определение содержания углекислого газа в воде титриметрическим методом</b> .....	<b>26</b>
<b>Библиографический список</b> .....	<b>27</b>

## **ПРЕДИСЛОВИЕ**

Предлагаемые методические указания составлены в соответствии с программой курса «Физико-химические методы анализа качества воды» для студентов специальности 290800 «Водоснабжение, водоотведение» строительных вузов.

По каждому из рассматриваемых методов анализа даны теоретические сведения, описание приборов и техники производства измерений, приведены лабораторные работы по методикам, применяемым в химико-аналитических лабораториях промышленных предприятий.

По некоторым методам анализа число лабораторных работ и их объём превышают минимум, предусмотренный программой для студентов вуза. Это дает возможность преподавателям выбрать для практикума работы в соответствии с уровнем подготовки студентов, профилем вуза и имеющимся оборудованием. Лабораторные работы даны применительно к анализу конкретных объектов. В случае необходимости вместо анализа тех или иных производственных образцов в качестве контрольной задачи студентам выдаётся раствор с известным содержанием определяемого вещества.

## **ВВЕДЕНИЕ**

Проблема водоочистки и охраны водных объектов от загрязнений привлекает серьёзное внимание специалистов во всем мире. Воды, возвращаемые предприятиями после использования, качественно изменены. Они содержат множество органических и неорганических компонентов (кислоты, щёлочи, красители, соли тяжёлых металлов и т.д.). Вещества, загрязняющие поверхностные воды, оказывают отрицательное воздействие на их энергию, резко ухудшают условия жизнедеятельности флоры и фауны. Предсказать количественный и качественный состав сложных смесей жидких и твёрдых продуктов в сточных водах практически невозможно, т.к. он может измениться не

только после их очистки биологическими и физико-химическими способами, но и при простом смешении стоков. Поэтому необходимо тщательно исследовать как жидкие, так и твёрдые фазы процесса водоочистки сточных вод, применяя для этого физико-химические методы анализа.

Физико-химический анализ – это такая отрасль химии, которая занимается изучением закономерных связей между составом, строением и свойствами различных химических систем. Когда говорят о физико-химических методах анализа, то имеют в виду то направление в физико-химическом анализе, которое имеет возможность использовать взаимосвязь между различными свойствами, характеризующими систему, и её составом для решения специальных аналитических задач.

Быстрота, точность, простота операций, высокая чувствительность, возможность автоматизации аналитического контроля производства обеспечивают физико-химическим методам анализа применение в самых разных отраслях производства, при ведении исследовательских работ.

## **1. ОСНОВНЫЕ ОСОБЕННОСТИ АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД**

Сточные воды – стоки бытовые, производственные и атмосферные, обычно содержащие множество неорганических и органических компонентов. Их точный состав, даже в качественном отношении, не всегда можно предвидеть.

Последнее особенно справедливо в отношении сточных вод, прошедших химическую или биологическую очистку. Даже при простом смешении стоков от различных цехов предприятия происходят химические реакции между компонентами этих стоков, приводящие к образованию новых веществ. Поэтому при появлении нового вида сточных вод (при создании новых производств, внедрении нового технологического процесса или при его существенном изменении)

требуется провести предварительное исследование. В ход определения того или иного компонента порой приходится вносить изменения, а иногда и совершенно менять метод химического анализа.

Из трёх основных требований, предъявляемых к аналитическим методам (чувствительность, точность, селективность), важнейшее в анализе вод – селективность.

Чувствительность должна быть достаточной для достижения цели анализа, но при этом не чрезмерной. Чрезмерная чувствительность – ошибка, часто совершаемая при выборе метода анализа. Большая чувствительность необходима лишь тогда, когда аналитик вынужден брать для анализа очень малые навески (или объёмы) анализируемого вещества. Как правило, исходный объём пробы при анализе сточных вод – 100–200 мл.

При оценке необходимой точности определения следует учитывать непостоянство состава сточных вод. Поскольку не только случайные пробы, взятые в течение дня, могут очень сильно различаться по составу, но и среднесуточные, и среднепропорциональные пробы различаются изо дня в день по своему количественному составу, что добиваться большой точности в определении того или иного компонента не имеет смысла. Вполне допустимы результаты анализа, выраженные числами, содержащими только две значимые цифры.

Что касается селективности выбираемого метода анализа, то на неё должно быть обращено особое внимание. Малая селективность метода анализа может привести к очень большим систематическим ошибкам в результатах.

## **2. ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА СТОЧНЫХ ВОД**

Основные методы определения неорганических компонентов сточных вод:

- фотометрия,
- атомно-абсорбционная спектрометрия.

## 2.1. Фотометрические методы анализа

Фотометрическими методами измеряют поглощение света анализируемым раствором обычно после введения в него реактива, реагирующего с определённым компонентом сточной воды с образованием интенсивно поглощающего свет соединения.

Применяемые в фотометрии приборы состоят из четырёх частей, последовательно расположенных одна за другой:

- 1) источник света;
- 2) светофильтр или монохроматор;
- 3) кювета с раствором;
- 4) детектор (фотоэлемент, превращающий энергию излучения в электрическую).

Конструкции приборов зависят от того, в какой области спектра (ультрафиолетовой, видимой или инфракрасной) проводят измерения. Источником видимого излучения служит обычная электрическая лампа, для получения УФ-излучения применяют водородную лампу. Обычно для проведения анализа выбирают излучение в той области длин волн, в которой определяемое соединение имеет максимальное светопоглощение, а примеси – минимальное.

При анализе сточных вод измерения проводят чаще всего в видимой области спектра (т.е. измеряют светопоглощение окрашенных или мутных растворов), значительно реже – в УФ-области. ИК-спектрометрию используют в основном для идентификации и установления структуры органических соединений.

Оптическая плотность раствора, содержащего несколько окрашенных веществ, обладает свойством аддитивности, называемым *законом аддитивности светопоглощения*. В соответствии с этим законом поглощение света каким-либо веществом не зависит от присутствия в растворе других веществ. При наличии в растворе нескольких окрашенных веществ каждое из них будет давать свой аддитивный вклад в экспериментально определяемую плотность  $D_{см}$ :

$$D_{см} = D_1 + D_2 + \dots + D_n,$$

где  $D_1, D_2, \dots, D_n$  – оптическая плотность вещества 1, вещества 2 и т.д.

или

$$D_{см} = l (E_1c_1 + E_2c_2 + \dots E_nc_n).$$

Расчёт концентраций веществ, находящихся в смеси, может быть выполнен либо графически, либо аналитическим путём.

Фотометрические методы анализа обязательно включают холостой опыт для устранения влияния посторонних веществ. Существуют два типа холостых опытов, друг друга не заменяющих:

1) холостой опыт с дистиллированной водой взамен анализируемого раствора при добавлении всех требуемых реактивов; так исключается влияние светопоглощения реактивами;

2) холостой опыт с анализируемым раствором без добавления реактивов; так исключается влияние посторонних веществ, присутствующих в самой анализируемой пробе.

**Метод сравнения.** Измеряют оптические плотности исследуемого  $D_x$  и стандартного  $D_{см}$  окрашенных растворов при одной и той же толщине поглощаемого слоя ( $l_x = l_{см}$ ). Применяя основной закон светопоглощения к сравниваемым растворам, имеем:

$$D_x = \varepsilon C_x l \text{ и } D_{см} = \varepsilon C_{см} l.$$

Решая эти уравнения относительно неизвестной концентрации  $C_x$ , получают расчётную формулу

$$C_x = C_{см} \frac{D_x}{D_{см}}.$$

**Метод калибровочного графика.** Измеряют оптические плотности стандартных растворов с известной концентрацией. По полученным данным строят калибровочный график, откладывая на оси ординат значения оптической плотности, а на оси абсцисс – соответствующие им значения концентрации. Затем измеряют оптическую плотность исследуемых растворов и по графику находят их концентрации. Этот метод наиболее удобен для выполнения серийных определений.

**Метод добавок.** Измеряют оптическую плотность  $D_x$  исследуемого раствора. Затем к нему добавляют известное количество опре-

деляемого вещества и снова измеряют оптическую плотность  $D_{x+a}$ . Неизвестную концентрацию определяемого вещества находят путём сравнения оптической плотности исследуемого раствора и оптической плотности раствора с добавкой. Применяя основной закон светопоглощения к сравниваемым растворам, получают уравнения

$$D_x = \varepsilon C_x l \text{ и } D_{x+a} = \varepsilon l (C_x + C_a).$$

Решая эти уравнения относительно неизвестной концентрации  $C_x$ , получают расчётную формулу для метода добавок:

$$C_x = C_a \frac{D_x}{D_{x+a} - D_x},$$

где  $C_a$  – концентрация добавки в фотометрируемом растворе.

Метод добавок создает одинаковые условия при фотометрировании исследуемого и стандартного растворов и позволяет уменьшить влияние примеси на результаты анализа.

**Анализ с применением окрашенного реактива.** Если в исследуемом растворе присутствует окрашенная примесь или для анализа используется окрашенный реактив, оптическую плотность исследуемого раствора измеряют относительно раствора холостой пробы, содержащего те же количества окрашенной примеси или реактива, либо производят последовательное измерение оптических плотностей исследуемого раствора и раствора холостой пробы относительно чистого растворителя (дистиллированной воды). В последнем случае неизвестное содержание анализируемого вещества определяют одним из методов по найденному значению разности оптических плотностей исследуемого раствора к холостой пробе.

## 2.2. Атомно-абсорбционная спектрометрия

Атомно-абсорбционная спектрометрия основана на поглощении ультрафиолетового или видимого излучения атомами газа. Чтобы перевести пробу в газообразное атомное состояние, её впрыскивают в пламя. В качестве источника излучения применяют лампу с полым катодом.

дом из определяемого металла. Интервал длин волн спектральной линии, испускаемой источником света, и линии поглощения того же самого элемента в пламени очень узок, поэтому мешающее поглощение других элементов практически не сказывается на результатах анализа.

При всём многообразии схем и конструктивных особенностей приборов адсорбционной спектроскопии в каждом из них имеется несколько основных узлов, функции которых примерно одинаковые в разных приборах.

Таковыми узлами являются:

- источник света;
- монохроматизатор света;
- кювета с исследуемым раствором;
- рецептор (приемник света).

К этим основным узлам следует добавить оптическую систему, состоящую из линз, призм и зеркал, которая служит для создания параллельного пучка света, изменения направления и фокусировки света, а также систему для уравнивания интенсивности световых потоков (диафрагмы, оптические клинья и т.д.).

**Соосаждение.** Это один из самых эффективных методов концентрирования при определении неорганических веществ. Так можно выделить очень малые количества определяемого металла из большого объёма сточной воды, вводя в достаточном количестве соль другого металла (макрокомпонент, носитель, коллектор) и осаждая последний подходящим реактивом. Образующийся осадок увлекает с собой микрокомпонент – определяемый металл. Такое соосаждение вызывается разными причинами. Иногда микрокомпонент должен был бы сам давать осадок с прибавляемым реактивом (в соответствии с произведением растворимости образующегося соединения), но вследствие очень малой его концентрации без добавления носителя образуется лишь коллоидный раствор, который осаждается вместе с носителем. Иногда микрокомпонент адсорбируется на поверхности осадка носителя; иногда образует с носителем смешанные кристаллы и т.д. Выпавший оса-

док растворяют в возможно меньшем объёме необходимого растворителя и анализируют концентрации.

В.И. Кузнецов предложил для соосаждения микроколичеств металлов «органические коллекторы». Это осадки, образующиеся при введении в водный раствор органического катиона (метиловый фиолетовый, метиленовый синий, фуксин и др.) и органического аниона (танин, арсеназо, стильбазо и др.). Такие осадки, захватившие микрокомпоненты, можно затем сжечь и, растворяя золу в нескольких каплях кислоты, получить очень концентрированный раствор.

**Сорбция.** Сорбционные методы выделения примесей из вод основаны на распределении их между жидкой и твёрдой фазами.

Для достаточно полного извлечения сорбент (твёрдая фаза) должен обязательно иметь развитую поверхность и поры определённого размера. В качестве нейтрального сорбента широко используют активный уголь. Однако сочетание в нём развитой поверхности с наличием небольших количеств каталитически активных металлов приводит к протеканию в ходе сорбции и после неё различных каталитических процессов, в результате которых компонентный состав исследуемой смеси может меняться.

Поэтому для сорбционного концентрирования в аналитических целях предпочитают применять макросетчатые пористые синтетические сорбенты, синтезируемые на основе стирола и дивинилбензола, иногда с добавкой других мономеров.

### **3. ПОКАЗАТЕЛИ КАЧЕСТВА ВОДЫ**

#### **3.1. Концентрация ионов водорода**

Концентрацию ионов водорода (вернее, их активность) выражают величиной рН. В сточных водах рН определяют электрометрическим способом, пользуясь стеклянным электродом. Метод основан на том, что при изменении рН на единицу потенциал стеклянного электрода изменяется при 25 °С на 59,1 мВ, при 20 °С на 58,1 мВ.

Для измерения рН выпускают специальные приборы – рН-метры (например, ЛП-5, МТ-58, ЛПУ-01 и др.), к которым прилагаются инструкции по их применению. Стекланные электроды этих приборов должны быть прокалиброваны по буферным растворам, имеющим определённые значения рН. Поскольку зависимость между потенциалом электрода и значением рН раствора, в который он погружён, линейна, для калибрования достаточно было бы двух буферных растворов. Всё же отклонения от линейной зависимости иногда наблюдаются, поэтому желательно проведение сравнения с буферным раствором, рН которого возможно более близок к рН анализируемой сточной воды. Буферные растворы хранят в склянках из полиэтилена или стекла типа «пирекс».

При использовании рН-метров для определения рН сточных вод необходимо уделять особое внимание чистоте обоих электродов, поскольку сточные воды часто содержат жиры, масла, нефтепродукты и другие вещества, покрывающие электрод плёнками. Электрод следует обтирать тонкой, мягкой тканью, смоченной эфиром или раствором синтетического моющего средства, затем промывать несколько раз дистиллированной водой, вытирая после каждого промывания таким же куском ткани для удаления моющего вещества. При необходимости электрод регенерируют, погружая его на 2 ч в 2 %-й раствор соляной кислоты, и тщательно промывают дистиллированной водой. В нерабочее время электрод следует хранить в дистиллированной воде.

### **3.2. Сухой остаток**

Сухой остаток – это масса остатка, получаемого выпариванием профильтрованной пробы сточной воды и высушиванием при 103–105 °С или 178–82 °С. Величина эта должна выражать суммарное количество растворённых в пробе веществ, органических и неорганических. Однако получаемые результаты удовлетворяют этому требованию лишь приближённо, при какой бы из указанных температур не проводилось высушивание осадка.

Если остаток высушивали при 103–105 °С, то в нём сохраниться вся или почти вся кристаллизационная вода солей, образующих кристаллогидраты, а также частично и окклюдированная вода. С другой стороны, при выпаривании и высушивании удаляются все летучие с водяным паром органические вещества, растворённые газы, а также СО<sub>2</sub> из гидрокарбонатов, которые при этом превратятся в карбонаты.

Если остаток высушивали при 178–82 °С, то окклюдированная вода будет удалена полностью. Кристаллизационная вода также удалится, но некоторое её количество может остаться, особенно когда в пробе присутствуют преимущественно сульфаты. Гидрокарбонаты превратятся в карбонаты, но последние могут частично разложиться с образованием оксидов и оксисолей. Может произойти незначительная потеря нитратов. Органические вещества теряются в большей мере, чем в первом случае.

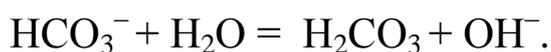
Высушивание при 178–182 °С следует предпочесть при анализе вод, содержащих преимущественно неорганические соли, так как тогда получаемый результат наиболее приближается к сумме результатов отдельных определений катионов и анионов в пробе.

### 3.3. Щёлочность

Щелочностью называют содержание в воде веществ, вступающих в реакцию с сильными кислотами, т.е. с ионами водорода. К этим веществам относят:

- 1) сильные основания, полностью диссоциирующие в разбавленных растворах с образованием гидроксид-ионов (едкий натр, едкое кали и др.);
- 2) слабые основания (аммиак, анилин, пиридин и др.);
- 3) анионы слабых кислот (НСО<sub>3</sub><sup>-</sup>, Н<sub>2</sub>РО<sub>4</sub><sup>-</sup>, НРО<sub>4</sub><sup>2-</sup>, НSO<sub>3</sub><sup>-</sup>, SO<sub>3</sub><sup>2-</sup>, анионы гуминовых кислот и др.).

Анионы слабых кислот гидролизуются с образованием гидроксид-ионов, например:



При титровании веществ второй группы соляной кислотой в конце титрования раствор должен содержать соответствующие этим основаниям положительно заряженные ионы, например:



которые, гидролизуясь, придают раствору слабнокислую реакцию:



Слабокислая реакция создаётся в растворе и в конце титрования анионов, входящих в третью группу, так как при этом образуются соответствующие слабые кислоты, частично диссоциирующие с образованием ионов водорода, например:



По этой причине для определения общей щёлочности воды надо применять индикатор, цвет которого изменяется в слабнокислой среде, или проводить титрование потенциометрическим методом.

Наиболее подходящим индикатором является метиловый жёлтый, цвет которого изменяется от жёлтого к красному в границах  $\text{pH}=4,0-2,9$  довольно резко, или бромфеноловый синий, если титрование с ним проводить до чисто жёлтого цвета.

Менее пригоден метиловый оранжевый, переход окраски которого менее резок. При пользовании этим индикатором рекомендуется добавлять несколько капель раствора синего красителя, не обладающего индикаторными свойствами (например, индигокармина). Тогда переход окраски становится более отчетливым (особенно это заметно при вечернем освещении). При титровании анионов относительно более слабых кислот ( $\text{pK}=7-8$ ) можно применять и метиловый красный или бромкрезоловый зелёный. При титровании анионов относительно слабых кислот ( $\text{pK}\leq 4$ ) приходится применять такие индикаторы, как тропеолин-00 или тимоловый синий, но точность определения при этом уменьшается.

Потенциометрическое титрование часто может быть заменено обычными титрованиями, проводимыми с двумя индикаторами, интервалы перехода которых находятся в разных областях  $\text{pH}$ . Одним из них

является индикатор, применяемый для определения общей щёлочности, его окраска изменяется в кислой среде ( $\text{pH} \sim 3-4$ ), другой индикатор должен иметь интервал перехода окраски в щелочной среде.

Чаще всего применяют фенолфталеин, пурпурная окраска которого появляется или исчезает при  $\text{pH} = 8,4$ . Этот индикатор имеет особую ценность в данном случае, потому что указанное значение  $\text{pH}$  соответствует тому  $\text{pH}$ , который имеют растворы чистых гидрокарбонатов ( $\text{HCO}_3^-$ ), постоянно присутствующих в водах. Если сточная вода при добавлении фенолфталеина окрашивается в пурпурный цвет, то это указывает на присутствие в ней загрязнений сильнощелочными веществами. Содержание этих загрязнений определяют, титруя такую воду до исчезновения окраски фенолфталеина. Однако в ряде случаев вместо фенолфталеина лучше применять тимолфталеин и таким образом устанавливать границу разделения при  $\text{pH} = 9,4$ .

### 3.4. Кислотность

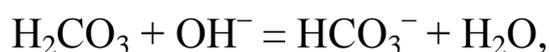
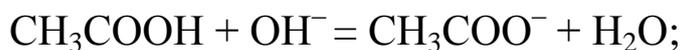
Кислотностью называют содержание в воде веществ, вступающих в реакцию с сильными щёлочами (едким натром, едким калием), т.е. с гидроксид-ионами. К этим веществам относят:

1) сильные кислоты, полностью диссоциирующие в разбавленных растворах с образованием ионов водорода (соляная кислота, азотная кислота и др.);

2) слабые кислоты (уксусная кислота, сернистая кислота, угольная кислота, свободный сероводород и др.);

3) катионы слабых оснований (ионы аммония, железа, алюминия, органических оснований и др.). Соединения, содержащие эти катионы, гидролизуются с образованием ионов водорода.

В конце титрования веществ второй группы едким натром раствор должен содержать соответствующие этим слабым кислотам отрицательно заряженные ионы, например:



которые, гидролизуясь, придают раствору слабощелочную реакцию.

Слабощелочная реакция также создается и при полном превращении некоторых катионов, входящих в состав третьей группы, в слабые основания. Поэтому для определения общей кислотности необходимо применять индикаторы, цвет которых изменяется в слабощелочной среде (т.е. при довольно большом значении рН), или проводить титрование потенциометрическим методом.

Наиболее подходящим индикатором является тимолфталейн, хотя в большинстве случаев можно воспользоваться фенолфталейном. У первого окраска появляется при рН~9,4, у второго – при рН~8,4.

Общая кислотность, как и общая щелочность, недостаточно характеризует состав воды. В данном случае, проводя титрование потенциометрически, можно по полученным точкам перегиба на кривой титрования установить содержание в воде различных групп веществ, титруемых едкой щёлочью.

Для дальнейших разделений, как и при определении щёлочности, можно воспользоваться летучестью некоторых кислот и оснований. Как и при определении щёлочности, потенциометрическое титрование до известной степени может быть заменено титрованием с двумя индикаторами, цвет которых изменяется при различных значениях рН: один – в кислой среде, другой – в щелочной.

### **3.5. Цвет воды**

Цвет воды рекомендуется определять измерением её оптической плотности на спектрофотометре при различных длинах волн проходящего света. При определении цветности пробы не консервируют. Определение проводят через 2 ч после отбора пробы.

Исследуемую воду предварительно профильтровывают, отбрасывая первые порции фильтрата. Оптическую плотность измеряют при толщине слоя 10 см. Вторую кювету прибора заполняют дистиллиро-

ванной водой. Длина волны света, максимально поглощаемого водой, является характеристикой его цвета. Если на полученной кривой имеется несколько пиков, то соответствующие им длины волн должны быть отмечены.

Следует учитывать, что видимый цвет раствора всегда является дополнительным к цвету поглощаемого излучения (табл.).

**Таблица**

***Длина волн спектра и соответствующие окраски***

Длина волны поглощаемого света (приблизительно), нм	Цвет поглощаемого излучения	Дополнительный (видимый) цвет раствора
400–450	Фиолетовый	Жёлто-зелёный
450–480	Синий	Жёлтый
480–490	Зелёно-синий	Оранжевый
490–500	Сине-зелёный	Красный
500–560	Зелёный	Пурпурный
560–575	Жёлто-зелёный	Фиолетовый
575–590	Жёлтый	Синий
590–605	Оранжевый	Зелёно-синий
605–730	Красный	Сине-зелёный
730–760	Пурпурный	Зелёный

Значение оптической плотности исследуемой воды при длине волны, близкой к максимуму поглощения, является мерой интенсивности её окраски.

Спектрофотометр может быть заменен фотометром (типа прибора Пульфриха) или электрофотоколориметром при наличии достаточного числа светофильтров, пропускающих узкие полосы спектра света. При отсутствии приборов цвет сточной воды приходится определять визуальным наблюдением: светло-жёлтый, пурпурно-красный и т.д.

Поскольку по правилам спуска сточных вод в водоем требуется, чтобы вода в водоёме после смешения её со сточной водой не имела видимой окраски при толщине слоя 10 см, практическое значение имеет определение степени разбавления сточной водой, при котором цвет её при указанной толщине слоя перестает различаться. Для этого

помещают на лист бумаги три цилиндра (диаметром 20–25 мм) из бесцветного стекла. В первый наливают исследуемую сточную воду (высота слоя 10 см), в третий – такое же количество дистиллированной воды, во второй – в таком же объёме разбавленную воду, увеличивая каждый раз степень разбавления (1:1; 1:2; 1:3 и т.д.), пока при просматривании сверху через воду во втором и третьем цилиндрах бумага не будет выглядеть одинаково белой. Нахождение того разбавления, которое требуется для исчезновения окраски, устраняет необходимость определять количественное содержание в воде всех тех веществ, для которых установлена ПДК по цветности.

### **3.6. Запах воды**

Качественное определение запаха проводят как при комнатной температуре, так и при нагревании до 60 °С в колбе, покрытой часовым стеклом. Результат этого определения выражают описательно: хлорный, землистый, фенольный, запах нефти, аптечный, сероводородный, навозный, затхлый и т.п.

Для количественного определения запаха находят так называемое «пороговое число», выражающее то, во сколько раз надо разбавить анализируемую воду чистой, не имеющей запаха водой, чтобы запах пробы перестал ощущаться. Для разбавления следует применять водопроводную воду, предварительно пропущенную через колонку с активным углем. Дистиллированную воду применять не стоит, так как она часто имеет своеобразный запах.

В тех случаях, когда запах сточной воды вызван присутствием в ней веществ, имеющих кислотные или основные свойства, запах надо определять при том значении рН, при котором он наиболее ощутим. Это значение рН находят экспериментально, приготовив ряд буферных растворов (рН=5; 6; 7; 8; 9) и прибавив в каждый раствор одинаковое (не слишком большое) количество анализируемой пробы. Последующее определение порогового числа анализируемой воды производят, применяя разбавляющую воду, доведённую соответствующим буферным раствором до этого критического значения рН.

# ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

## Определение окраски и запаха анализируемой воды

**Цель работы** – определить цвет и запах анализируемой воды.

Все определения надо проводить в комнате, куда не могут проникнуть какие-либо запахи. Нельзя перед проведением испытаний курить, принимать пищу, пользоваться духами, одеколоном, лосьонами и т.п. Исследователи не должны в это время болеть насморком, или страдать какой-либо аллергией.

Поскольку способность ощущать очень слабые запахи у людей различна, определение должно проводиться одновременно несколькими аналитиками (не менее чем 3-мя). Исключительной чувствительности здесь не требуется, но людей с притупленным обонянием допускать к таким определениям нельзя. Рекомендуется проводить предварительную проверку: избранной группе аналитиков дать определить пороговое число раствора какого-нибудь чистого пахучего вещества. Для этой цели предложены *n*-бутанол и *m*-крезол.

Сильно пахнущие сточные воды нужно предварительно во много раз разбавить и учесть разбавление при расчёте результата. Определение запаха нельзя проводить дольше 1 ч, потому что обоняние быстро притупляется.

Если анализируемая вода подверглась хлорированию, то рекомендуется проводить два определения запаха: одно – без каких-либо изменений пробы, второе – после её дехлорирования добавлением эквивалентного количества аскорбиновой кислоты или тиосульфата.

**I. Ход определения.** Пороговое число находят следующим способом. В конические колбы вместимостью 500 мл, снабжённые стеклянными пробками, наливают немного разбавляющей воды, затем вводят 2; 5; 10; 50; 150 мл анализируемой воды, разбавляют содержимое каждой колбы до 200 мл разбавляющей водой и перемешивают, закрыв стеклянной пробкой. Ещё в одну колбу вместимостью 500 мл наливают 200 мл разбавляющей воды.

Вынув пробки, попеременно подносят к носу то одну из колб с пробой, то колбу с чистой водой. При этом можно пользоваться специальным приспособлением – стеклянной трубкой диаметром 1,8 см, длиной 10–30 см, расширенной у верхнего конца так, чтобы она охватывала обе ноздри. Трубку надо предварительно промыть разбавляющей водой.

Определив приблизительно наибольшее разбавление, при котором запах будет ощущаться, проводят более точное измерение, приготовив вторую серию разбавлений пробы с меньшими разностями концентраций между соседними растворами. Наименьшее из разбавлений, при котором запах исчезает, и есть пороговое число.

Пороговое число определяют по формуле

$$\frac{A+B}{A},$$

где  $A$  – объём введённой анализируемой пробы, мл;  $B$  – объём прибавленной разбавленной воды, мл.

Определение проводят также при 60 °С, для чего колбы с растворами погружают в соответственно нагретую водяную баню. Колебания температуры не должны превышать 1 °С.

Если известно, что анализируемая вода содержит только одно какое-либо пахнущее вещество, то описанным выше способом можно определить его концентрацию в пробе. Для этого определяют пороговое число, запах пробы и пороговое число запаха стандартного раствора этого пахучего вещества известной концентрации. Тогда концентрация этого вещества  $C_x$  в пробе будет равна:

$$C_x = \frac{C_0 \cdot N_0}{N_x},$$

где  $C_0$  – концентрация определяемого вещества в стандартном растворе;  $N_0$  – пороговое число запаха стандартного раствора;  $N_x$  – пороговое число запаха пробы.

Определение порогового числа избавляет от необходимости определять количественное содержание в воде всех тех веществ, для

которых ПДК установлена по запаху. (Исключением являются лишь фенолы, для которых ПДК установлены не по запаху самих фенолов, а по запаху продуктов их хлорирования).

## ***II. Выводы по работе***

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 2** **Определение сухого и прокалённого остатка**

***Цель работы*** – получить приближённое представление о содержании органических и неорганических веществ в пробе, мг/л.

При прокаливании органические вещества удаляются, неорганические остаются. Однако такое разделение далеко не точно. Вместе с органическими веществами при прокаливании удаляются  $\text{CO}_2$  из карбонатов, кристаллизационная вода, оставшаяся после высушивания остатка, все аммонийные соли. Частично, с выделением газообразных продуктов, могут разложиться и другие неорганические вещества. С другой стороны, часть органических веществ (летучие с водяным паром) исчезнут ещё в первой операции – высушивании осадка и, поэтому, не будут учтены.

***I. Ход определения. 1.*** В прокалённую, охлаждённую и взвешенную фарфоровую или кварцевую чашу помещают 50–250 мл анализируемой сточной воды, предварительно профильтрованной. Воду выпаривают на водяной бане досуха. Затем переносят чашу с остатком в сушильный шкаф и высушивают при 103–105 °С или 178–182 °С до постоянной массы.

Содержание сухого остатка  $X$ , мг/л, вычисляют по формуле

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

где  $a$  – масса чаши с сухим остатком, мг;  $b$  – масса пустой чаши, мг;  $V$  – объём анализируемой сточной воды, мл.

**2.** Чашку с сухим остатком помещают в муфельную печь, предварительно разогретую до 575–600 °С, и прокаливают 15–20 мин. Затем

дают немного остыть сначала на воздухе, потом в эксикаторе. После полного охлаждения чашку с остатком взвешивают. Прокаливание повторяют до достижения постоянной массы. Рассчитывают результат по той же формуле, что и при определении сухого остатка.

## ***II. Выводы по работе***

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3**

#### **Определение щёлочности и кислотности сточной воды фотометрическим методом**

***Цель работы*** – определить щёлочность и кислотность анализируемой воды

Определение щёлочности сточных вод заводов, выпускающих хлорную известь и гипохлорит кальция, затруднено тем, что присутствующие в этих водах гипохлориты обесцвечивают применяемые индикаторы. Такие воды предварительно дехлорируют и определяют щёлочность одним из следующих методов.

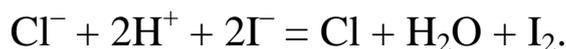
***I. Ход определения. 1.*** К пробе анализируемой сточной воды (10–100 мл в зависимости от её щёлочности) приливают в небольшом избытке (по сравнению с требуемым для восстановления гипохлорита) 3 %-й раствор пероксида водорода, предварительно нейтрализованного по фенолфталеину; нагревают до прекращения выделения кислорода, охлаждают, прибавляют ещё немного фенолфталеина и титруют кислотой до обесцвечивания раствора.

Для определения общей щёлочности к другой такой же порции сточной воды прибавляют в избытке раствор пероксида водорода, нейтрализованный по метиловому жёлтому или по заменяющему его индикатору, нагревают до прекращения выделения газа, охлаждают, прибавляют тот же индикатор и титруют кислотой до изменения окраски.

Метод основан на том, что при восстановлении гипохлорит-ионов пероксидом водорода концентрации ионов  $\text{H}^+$  и  $\text{OH}^-$  в растворе не изменяются:



2. В коническую колбу, снабжённую притёртой пробкой, наливают определённый объём анализируемой воды (10–100 мл в зависимости от щёлочности) и разбавляют, если надо, до 100 мл свежепрокипячённой и охлаждённой дистиллированной водой. Затем прибавляют 1 г йодида калия и 50 мл точно отмеренного раствора серной кислоты. Происходит выделение йода:



При этом выделение одного эквивалента йода сопровождается нейтрализацией одного эквивалента кислоты, что надо учитывать при расчёте результата определения щёлочности.

Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования немного раствора крахмала. После этого в колбу добавляют 5–6 капель метилового жёлтого или любого другого из перечисленных в предыдущем разделе индикаторов и оттитровывают избыток кислоты раствором едкого натра. Этим способом определяется только общая щёлочность анализируемой воды. Расчёт щёлочности воды  $X$ , мэкв/л, производят по формуле

$$X = \frac{(50 \cdot \kappa_1 - (a \cdot \kappa_2 + b \cdot \kappa_3)) \cdot 0,1 \cdot 1000}{V},$$

где 50 – объём прибавленного раствора 0,1 н кислоты;  $a$  – объём 0,1 н раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , израсходованного на титрование, мл;  $\kappa_1, \kappa_2, \kappa_3$  – поправочные коэффициенты для приведения концентрации растворов серной кислоты, тиосульфата натрия и едкого натра к точно 0,1 н.;  $V$  – объём анализируемой сточной воды, мл.

При определении кислотности титрование с разными индикаторами лучше проводить в отдельных порциях анализируемой воды.

**3. Определение общей кислотности.** К 50–100 мл анализируемой воды прибавляют 10 капель раствора тимолфталейна или фенолфталейна и титруют раствором едкого натра на белом фоне до появления исчезающего синего (при использовании тимолфталейна) или розового (при использовании фенолфталейна) окрашивания.

**4. Определение содержания сильных кислот.** К другой пробе

анализируемой воды (50–100 мл) прибавляют 5–6 капель метилового жёлтого. Затем пробу титруют раствором едкого натра до изменения окраски индикатора.

## ***II. Выводы по работе***

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4**

#### **Определение концентрации**

#### **неизвестного окрашенного раствора фотометрическим методом**

***Цель работы*** – определить концентрацию неизвестного окрашенного раствора фотометрическим методом.

#### ***I. Ход определения. 1. Построение калибровочного графика.***

Приготовлен насыщенный раствор красителя в воде объёмом 100 мл. Раствор наливают в мерную колбу на 500 мл и доводят водой до метки. Затем отбираются пипеткой последовательно 1, 3, 5, 7 и 9 мл этого раствора и переносятся в пикнометры на 50 мл. Дистиллированной водой растворы доводятся до метки. По дистиллированной воде в кювете сравнения устанавливают «0» на приборе КФК-2.

Во вторую кювету помещают 1-й стандартный раствор и фотометрируют его. Записывают показания прибора, т.е. измеряют оптическую плотность данного раствора. Затем раствор выливают и заливают в кювету следующий стандартный раствор, фотометрируя его. При этом каждый раз проверяют «0» прибора по раствору сравнения. Так фотометрируют все стандартные растворы.

Строят калибровочный график в координатах:  $C - D$ . С этой целью, учитывая все разбавления, вычисляют концентрацию красителя  $C$ , мг/мл, для каждого стандартного раствора по формуле

$$C = \frac{0,5 \cdot 100 \cdot X}{500 \cdot 25}.$$

***2. Определение концентрации анализируемого раствора красителя.*** В тщательно промытую в дистиллированной воде кювету заливают приготовленный раствор анализируемого красителя. Измеряют его оптическую плотность. По калибровочному графику находят неизвестную концентрацию этого раствора  $C_x$ .

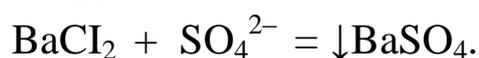
## ***II. Выводы по работе***

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5**

#### **Определение содержания сульфат-ионов в воде комплексометрическим методом**

***Цель работы*** – определить содержание сульфат-ионов в анализируемой пробе воды комплексометрическим методом.

Содержание сульфат-ионов  $(\text{SO}_4)^{2-}$  в воде определяют комплексометрическим методом при помощи трилона Б. Трилон Б образует комплексы с ионами бария. Сущность комплексометрического метода определения содержания сульфат-ионов состоит в том, что в исследуемую воду вводят ионы бария (раствор  $\text{BaCl}_2$ ), которые связывают ионы  $(\text{SO}_4)^{2-}$  в осадок:



Количество сульфат ионов оценивают по разнице расхода трилона Б на ионы бария до осаждения  $\text{SO}_4^{2-}$  и после их осаждения. Поскольку в исследуемой воде присутствуют ионы  $\text{Ca}^{2+}$  и  $\text{Mg}^{2+}$ , то необходимо ввести соответствующие поправки на ионы.

***I. Ход определения. 1.*** В первую коническую колбу ёмкостью 250 мл наливают 50 мл исследуемой воды. Прибавляют 2–3 капли 0,1 н раствора соляной кислоты. Затем этот раствор кипятят 3–5 мин для удаления угольной кислоты.

К кипящему раствору прибавляют 1 мл хлорида бария, содержащего ионы магния (10 г  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  и 4 г  $\text{MgCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в 1 л) и снова кипятят 10–15 с. Присутствие в растворе ионов магния необходимо для более чёткого определения конца титрования трилоном Б. Часть ионов бария расходуется на связывание ионов  $\text{SO}_4^{2-}$  в сульфат бария, а часть остаётся.

Через 10–15 мин исследуемую воду нейтрализуют 0,1 н раствором едкого натрия (по индикатору  $\text{pH} = 7$ ), прибавляя его по каплям. Затем в воду вводят 5 мл буферного раствора и 3–5 капель индикатора эриохрома черного Т и титруют её 0,01 н раствором трилона Б до перехода окраски воды из малиновой в синюю. Замеряют объём  $V_3$

трилона Б, пошедший на титрование пробы.

2. Во вторую коническую колбу ёмкостью 250 мл, также наливают 50 мл исследуемой воды и повторяют предыдущий опыт, но без кипячения раствора. Таким образом определяют объём  $V_1$  раствора трилона Б, необходимого для титрования этой пробы.

3. С третьей пробой проводят холостой опыт. Отбирают в коническую колбу ёмкостью 250 мл 50 мл исследуемой воды, добавляют 5 мл буферного раствора, 3–5 капель индикатора эриохрома чёрного Т и титруют 0,01 н раствором  $V_2$  трилона Б до перехода окраски из малиновой в синюю.

Содержание сульфат ионов  $(\text{SO}_4)^{2-}$ , мг/л, определяют по формуле

$$X = \frac{(V_1 + V_2 - V_3) \cdot N \cdot \text{Э} \cdot 1000}{V_4},$$

где  $N$  – нормальная концентрация раствора трилона Б;  $\text{Э}$  – эквивалент иона  $(\text{SO}_4)^{2-}$ , мг;  $V_4$  – объём исследуемой воды.

Получившуюся концентрацию сульфат ионов  $(\text{SO}_4)^{2-}$  сравнивают с предельно допустимой концентрацией (ПДК).

## ***II. Выводы по работе***

### **ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6**

#### **Определение содержания углекислого газа в воде титриметрическим методом**

***Цель работы*** – определить содержание углекислого газа в воде методом титрования.

Содержание  $\text{CO}_2$  в воде определяют титрованием воды 0,01 М раствором щёлочи NaOH в присутствии фенолфталеина до появления исчезающей розовой окраски.

***1. Ход определения.*** 1. 100 мл исследуемой воды поместить в коническую колбу.

2. Добавить 3–5 капель фенолфталеина.

3. Оттитровать исследуемую воду 0,01 М раствором NaOH до по-

явления стабильной розовой окраски. По мере титрования углекислый газ воздуха растворяется в титруемом растворе, поэтому результаты первого титрования завышены. Второе титрование проводят быстрее. Количество растворённого углекислого газа рассчитывают по формуле

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

где  $V_1$  – объём раствора NaOH, израсходованного на титрование, мл;  $V_2$  – объём воды, взятой на титрование, мл;  $N$  – нормальная концентрация раствора NaOH;  $\mathcal{E}$  – эквивалент углекислого газа.

## ***II. Выводы по работе***

### **БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК**

**1. Лурье, Ю.Ю.** Аналитическая химия промышленных сточных вод / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1984. – 448 с., ил.

**2. Ляликов, Ю.С.** Физико-химические методы анализа / Ю.С. Ляликов. – 5-е изд., перераб. и доп. – М.: Химия, 1973.

**3. Физико-химические** методы анализа. Практическое руководство / В.Б. Алесковский и др. – 2-е изд., перераб. и испр. – Л.: Химия, 1984. – 424 с.

*Учебно-методическое издание*

Составители:  
*Федосова Нина Львовна*  
*Лосева Марина Валентиновна*

**ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ МЕТОДЫ АНАЛИЗА  
КАЧЕСТВА ВОДЫ**

**Методические указания по выполнению лабораторных работ  
студентами специальности 290800  
«Водоснабжение и водоотведение»  
дневной и заочной форм обучения**

*Редактор О. Ростов*

Подписано в печать 28.12.2009. Формат 60 × 84 <sup>1</sup>/<sub>16</sub>.  
Печать трафаретная. Усл. печ. л. 1,75. Тираж 30 экз.

Государственное образовательное учреждение высшего профессионального образования  
«Ивановский государственный архитектурно-строительный университет»  
Отделение редакционно-издательской деятельности ЦНИТ  
✉ 153037, г. Иваново, ул. 8 Марта, 20

Тираж отпечатан на копировальной технике частного предприятия  
ОГРН 304370230300436