

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”**

“ОСНОВИ БІОГЕОХІМІЇ”

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт

Частина 1

**Київ
НТУУ “КПІ”
2003**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
“КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ”

“ОСНОВИ БІОГЕОХІМІЇ”

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт

для студентів спеціальності

“Екологія та охорона навколишнього середовища”

Частина 1. “Визначення характеристик якості природних вод”

Затверджено Методичною радою НТУУ “КПІ”

Київ
НТУУ “КПІ”
2003

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу “Основи біогеохімії” для студентів спеціальності “Екологія та охорона навколишнього середовища”. Частина 1: ” Визначення характеристик якості природних вод” / Укл. Т. О. Шаблій, А. Д. Крисенко, Т. В. Крисенко, Сербіна Р.В. – К.: ІВЦ “Видавництво “Політехніка””, 2003. – 65 с.

Укладачі: Т. О. Шаблій,
А. Д. Крисенко,
Т. В. Крисенко,
Р.В. Сербіна

Рецензент: В. М. Радовенчик, канд. техн. наук, доц.

Відповідальний редактор: М. Д. Гомеля, канд. техн. наук, доц.

Курс “Основи біогеохімії” є одним із базових курсів для студентів спеціальності “Екологія та охорона навколишнього середовища”, який вивчається на III курсі майбутніми спеціалістами та магістрами.

Мета даної роботи – забезпечення виконання студентами лабораторного практикуму для закріплення теоретичних знань, отриманих на лекційних заняттях, зокрема розділу дисципліни, в якому викладені основні характеристики та особливості хімічного складу природних вод.

Природну воду оцінюють по її якості, тобто по характеру та кількості домішок, які можуть бути органічними, неорганічними та бактеріальними. В залежності від подальшого використання природних вод до якості води ставлять відповідні вимоги. Так, наприклад, вода питного призначення повинна бути безпечною в епідеміологічному відношенні, не шкідливою по хімічному складу і мати сприятливі органолептичні властивості, що і відзеркалено в ГОСТ 2874-82 “Вода питна”. Технологічні води різних галузей промисловості мають свої конкретні характеристики, які також повинні відповідати нормативним показникам.

В методичних вказівках приведені методи визначення основних фізичних і деяких хімічних показників води. За результатами аналізу у відповідності з вимогами, які пред’являються до води різної категорії, оцінюють її якість.

Студенти, отримавши завдання, досліджують воду, самостійно виконують потрібні визначення і складають висновок про склад аналізованої води. Користуючись даними методичними вказівками і приведеним переліком відповідної літератури з вимогами, які ставляться до якості води різного виду, визначають можливе використання даної води.

В ході виконання лабораторних робіт студенти також набувають навиків виконання науково-дослідних робіт по вибраній спеціальності, проведення наукового пошуку, вміння проаналізувати отримані результати, зробити висновки та розробити рекомендації.

Перед початком роботи студенти повинні обов'язково пройти загальний інструктаж по техніки безпеки.

ВИЗНАЧЕННЯ ОСНОВНИХ ОРГАНОЛЕПТИЧНИХ ПОКАЗНИКІВ ВОДИ

Мета роботи: визначення органолептичних показників води, таких як: температура, зовнішній вигляд, осад, запах.

Загальні положення

Величезна роль в житті біосфери зумовлює різноманітність наукових та практичних питань, для вирішення яких необхідні данні про хімічний склад природних вод та їх властивості.

Деякі уявлення про склад природних вод можна отримати на основі їх органолептичних досліджень. Це метод визначення стану водного об'єкту шляхом безпосереднього його огляду. До них належать: загальний огляд, температура, наявність (або відсутність) осаду, запах, колір прозорість, каламутність.

Температура водойм є результатом декількох процесів, що протікають одночасно: сонячна радіація, випаровування, теплообмін з атмосферою, переніс тепла течіями. Температура води – найважливіший чинник, що впливає на фізичні, хімічні, біохімічні та біологічні процеси, що протікають у водоймах. Від температури значною мірою залежить кисневий режим та інтенсивність процесів самоочищення. Значення температури використовують для обчислення ступеня насичення води киснем, різноманітних форм лужності, стану карбонатно-кальцієвої системи, при багатьох гідрохімічних та гідробіологічних дослідженнях, при вивченні теплових забруднень.

Запах викликають леткі речовини, що пахнуть, які надходять у воду в результаті життєдіяльності водяних організмів, при біохімічному розкладанні органічних речовин, при хімічній взаємодії компонентів, що містяться у воді,

а також з промисловими, сільськогосподарськими та побутовими стічними водами.

На запах води впливають: склад речовин, що містяться у воді, температура, значення рН, ступінь забруднення водного об'єкту, біологічна обстановка та гідрологічні умови.

Зважені речовини (грубо дисперсні домішки), що присутні в природних водах, складаються переважно з часток глини, піску, мулу, органічних та неорганічних речовин у вигляді суспензії, планктону та мікроорганізмів. Концентрація зважених часток пов'язана з сезонними факторами, з режимом стоку і залежить від танення снігу, складу порід, що складають річище, а також від антропогенних факторів. Зважені частинки впливають на прозорість води, на проникнення в неї світла, на температуру, розчинені компоненти природних вод, адсорбцію токсичних речовин, а також склад та розподіл відкладень і на швидкість осадоутворення.

Вода, в якій багато зважених часток не підходить до рекреаційного використання з естетичних розумінь.

При контролі процесів біологічної та фізико-хімічної обробки стічних вод та при оцінці стану природних вод доцільно проводити кількісне визначення зважених часток.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Хімічний посуд;
- Термометри.

Рекомендації щодо виконання роботи

Температура

Температуру вимірюють на місці забору проби термометрами з ціною ділення 0.1 °С. Термометр необхідно тримати у воді не менш ніж 5 хвилин.

Відлік градусів з термометра потрібно робити не виймаючи його з води. Температуру приводять у градусах Цельсія з визначенням до 0.5 °С.

Зовнішній вигляд

Відмічають наявність та характер плівки, плаваючих (зважених) речовин та піни на поверхні відібраної проби.

Визначення запаху

Запах води характеризується видами та інтенсивністю. Запах визначають якісно при відкриванні проби після її вздовтування. Якщо запах не визначається, необхідно відлити невелику кількість води в колбу, закрити склом і підігріти її до 60 °С. Характер запаху описується як: гнилісний, фекальний, сірководневий, фенольний (лікарський), хлорний, рибний, затхлий, цвілевий, торф'яний, вуглеводневий (нафтопродукти) і т.д. Інтенсивність запаху визначають за п'ятибальною шкалою (табл. 1.1)

Таблиця 1.1. Інтенсивність запаху в балах

Бал	Інтенсивність	Визначення
1	2	3
0	Ніякого	Відсутність запаху
1	Дуже слабкий	Запах в звичайних умовах непомітний, але спостерігається досвідченим експериментатором
2	Слабкий	Запах виявляється, якщо на нього звернути увагу споживача
3	Помітний	Запах, який легко виявляється і може викликати негативну оцінку

Продовження табл. 1.1

1	2	3
4	Виразний	Запах, який звертає на себе увагу
5	Дуже сильний	Запах настільки сильний, що робить воду непридатною для використання

Візуальне визначення осаду та зважених частинок

Характеризують за величиною: немає, незначний, помітний, великий; якості: у вигляді пластівців, мулистий; з означенням кольору: бурий, сірий, чорний і т.д. Зазначають зовнішні зміни води при стоянні, випадання осаду, утворення кристалів на внутрішній поверхні склянки, утворення каламуті, освітлення і т.д.

ВИЗНАЧЕННЯ КОЛІРНОСТІ ВОДИ

Мета роботи: визначення колірності води візуальним та фотоколориметричним методами.

Загальні положення

Чиста природна вода у тонких шарах безбарвна, в товстих шарах вона має блакитний відтінок. Інші відтінки води свідчать про наявність у ній різних розчинених та завислих домішок.

Інтенсивність забарвлення води характеризується її колірністю. Причиною утворення і зміни кольору води може бути наявність в ній різноманітних колоїдних домішок, сполук заліза, гумінових речовин, зависей, кольорових відходів антропогенного походження, масового росту водоростей.

Колір природних вод відкритих водоймищ (крім періоду цвітіння, коли в залежності від різного виду водоростей вода набуває різних барв від жовтого до темно-зеленого) частіше за все обумовлений присутністю гумінових речовин, фульвокислот, їх розчинених солей, сполук трьохвалентного заліза, які були екстраговані водою із торфу, гумусу, болотних ґрунтів, відмерлих рослин. Кількість цих речовин залежить від геологічних умов, водоносних горизонтів, наявності боліт, торфовищ в басейні ріки, а також від антропогенних факторів, що можуть зумовлювати досить інтенсивне забарвлення води.

Розрізняють “натуральний колір”, обумовлений тільки розчиненими речовинами та “вдаваний” колір, викликаний присутністю у воді колоїдних та зважених частинок, співвідношення між якими визначається значною мірою значенням рН.

Сильне забарвлення води погіршує її органолептичні характеристики та має негативний вплив на життєдіяльність водяних рослин та тваринних організмів в результаті різкого зниження концентрації розчиненого кисню у воді, що витрачається на окислення сполук заліза та гумусових речовин.

Показник якості води, що характеризує інтенсивність забарвлення (колірність) води виражають умовно в градусах еталонної шкали колірності (біхромат-кобальтової або платино-кобальтової).

Колірність річкових вод коливається у великих межах від 35 до 55 градусів, сягаючи в окремих випадках 200 градусів і більше.

Основними методами визначення колірності природних вод є:

- візуальне порівняння кольору проб досліджуваної води із стандартними розчинами шкали колірності;
- фотоколориметричне порівняння кольору проб досліджуваної води із стандартними розчинами еталонної шкали, яка імітує цей колір.

Якщо об'єктивно визначити колірність води важко, відтінок або інтенсивність кольору представляють у вигляді опису візуально.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Циліндри для визначення колірності води;
- Мірні колби місткістю 1000 см³;
- Колби конічні місткістю 100 см³;
- Піпетки місткістю 10 см³;

Прилади:

- Фотоколориметр;
- Світлофільтр – темно-фіолетовий ($\lambda=400$ нм);
- Кювети з товщиною $l=50$ мм.

Реактиви:

Розчин №1: 0.0875 г $K_2Cr_2O_7$ + 2.0000 г $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ + 1 мл H_2SO_4 ($\rho=1.84$ г/см³). Об'єм доводять до 1 л.

Розчин №2: 1 мл H_2SO_4 ($\rho=1.84$ г/см³). Об'єм доводять до 1 л.

Рекомендації щодо виконання роботи

Візуальний метод

Для якісного визначення колірності профільтровану воду наливають в циліндр з прозорого скла і ставлять його на білий папір, біля нього розміщують такий самий циліндр з дистильованою водою. Воду в циліндрах розглядають зверху. Колірність відзначають: безкольорова, слабкий жовтий, слабкий червоний і т.д.

Фотоколориметричний метод

Колірність визначається в градусах біхромат-кобальтової шкали.

В кювету певної товщини переносять достатню кількість проби і вимірюють оптичну густину при використанні темно-фіолетового світлофільтру. Колірність проби, що аналізується, оцінюють за калібровочним графіком.

Для побудови калібровочного графіку розчини №1 та №2 змішують у різних співвідношеннях, які відповідають градусам колірності за біхромат-кобальтовою шкалою (табл. 2.1). Розчин порівняння – дистильована вода.

Таблиця 2.1. Еталона біхромат-кобальтова шкала

Колірність К, °	Розчин №1, мл	Розчин №2, мл	Оптична густина А
1	2	3	4
0	0	100	
5	1	99	
10	2	98	
15	3	97	
20	4	96	
25	5	95	
30	6	94	
40	8	92	
50	10	90	

Продовження табл. 2.1

1	2	3	4
60	12	88	
70	14	86	
80	16	84	

За отриманими даними будують графік: оптична густина як функція від колірності.

ВИЗНАЧЕННЯ МУТНОСТІ ТА ПРОЗОРОСТІ ВОДИ

Мета роботи: визначення мутності та прозорості води візуальним і фотоколориметричним методами.

Загальні положення

Для оцінки якості води визначають її мутність та прозорість. Мутність води обумовлена присутністю в ній тонкодисперсних нерозчинених та колоїдних речовин неорганічного та органічного походження. Домішки колоїдного ступеня дисперсності утворюють з водою кінетично і агрегативно стійкі системи, в зв'язку з чим вони практично не осідають.

Причиною мутності поверхневих вод є присутність часток глини, піску, мулу, полімерів силікатної кислоти, гідроксидів заліза і алюмінію, органічних колоїдів, мікроорганізмів, планктону. Мутність притаманна водам поверхневих водоймищ з досить високою швидкістю течії. Величина мутності залежить від характеру живлення водоймища, властивостей берегових порід, кліматичних умов. Максимальні величини мутності води спостерігаються під час весняної повені (1000 і більше мг/л), в зимовий період мутність поверхневих вод мінімальна. Мутність ґрунтових вод обумовлена переважно присутністю нерозчинених мінеральних речовин, а при проникненні в ґрунт стічних вод – також і органічних речовин.

Визначення мутності води проводять візуально з допомогою мутно вимірювача, фотоколориметричним або нефелометричним методами.

Візуальний метод полягає у порівнянні мутності досліджуваної води з еталоном, а фотоколориметричний і нефелометричний методи – у визначенні відповідного коефіцієнта світпропроникливості або світоторозсіювання проби води, і визначається за калібровочним графіком. Результати вимірювання виражаються у мг/л (зазначивши спосіб вимірювання).

Наявність у воді нерозчинених та колоїдних домішок можна оцінювати і по ступеню прозорості води, яка є величиною протилежною мутності. Визначення прозорості (світлопропускання) води – обов’язковий компонент спостережень за станом водних об’єктів, який тісно пов’язаний як з колірністю води, так із її мутністю. Ослаблення в каламутній воді інтенсивності світла з глибиною призводить до більшого поглинання сонячної енергії поверхнею водойми, що зменшує перенос кисню з повітря у воду, знижує щільність води, прискорює евтрофікацію. Крім того, зменшення потоку світла, що надходить у воду, знижує ефективність фотосинтезу та біологічну продуктивність водойм.

При якісній візуальній оцінці прозорості воду, в залежності від ступеня прозорості, умовно поділяють на прозору, опалесцентну, злегка каламутну, каламутну і сильно каламутну.

Кількісною мірою прозорості води є гранична висота стовпа води, через який погано проглядається написаний відповідним способом “хрест” (визначення по “хресту”), або стандартний шрифт (визначення по шрифту), який розташований під дном вимірювального циліндру.

Прозорість води виражають в сантиметрах, зазначаючи спосіб вимірювання.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Циліндри для визначення мутності води;
- Агатова ступка;
- Фарфорова чашка;
- Мірні колби місткістю 100 см³;
- Піпетки місткістю 1, 2, 10, 25 см³;

Прилади:

- Фотоколориметр;
- Світлофільтр – червоний ($\lambda=670$ нм);
- Кювети з товщиною $l=10, 20, 30, 50$ мм.

Реактиви:

- Трепел

Рекомендації щодо виконання роботи

Приготування стандартної концентрованої суспензії

Стандартна концентрована суспензія готується на основі трепелу (SiO_2). Трепел, який не містить заліза, прожарюють, промивають дистильованою водою, висушують і знову прокалюють. Потім трепел, склад якого приймають за 100% SiO_2 , дуже тонко розтирають в агатовій ступці. Відбирають 1.25 г розтертого трепелу, переносять в мірний циліндр і змішують з 250 мл дистильованої води. Суміш ретельно перемішують і залишають на 24 години. Потім обережно відбирають зверху 230 мл суспензії. Для визначення концентрації отриманої суспензії відбирають піпеткою 25 мл, переносять їх в попередньо зважену чашку, випарюють, висушують при 105°C і знову зважують.

Розбавляють отриману суспензію, при цьому отримують нову суспензію з певною концентрацією 1.0 та 0.1 мг SiO_2 в 1 мл.

Для побудови калібровочного графіку в мірних колбах готують розбавлені стандартні розчини, які містять SiO_2 в різних концентраціях – 1,2,4,... мг/л, потім в кюветі з тією ж самою товщиною шару розчину вимірюють їх оптичну густину. Розчин порівняння – дистильована вода.

За отриманими даними будують графік: оптична густина як функція від концентрації SiO_2 в мг/л.

Мутність

Визначенню мутності заважає колірність води, якщо вона інтенсивна.

В кювету певної товщини переносять достатню кількість перемішаної проби досліджуваної води і вимірюють оптичну густину при використанні червоного світлофільтру. Мутність проби, що аналізується, оцінюють за калібровочним графіком.

Прозорість

Визначається висота водяного стовпа, при якому стандартний шрифт погано розпізнається. Воду добре взбовтують і наливають в циліндр з плоским дном, під яким на відстані 4 см від дна знаходиться спеціальний шрифт Снеллена (або другий шрифт, висота літер якого складає 2, а товщина ліній літер 0.5 мм). Додаючи або відливаючи воду з циліндру, знаходять висоту стовпа води, при якій читання шрифту ще можливе. Визначають прозорість в добре освітленому приміщенні на відстані 1 м від вікна. Прозорість виражають у сантиметрах висоти стовпа з точністю до 0.5 см.

ВИЗНАЧЕННЯ МІНЕРАЛІЗАЦІЇ ВОДИ

Мета роботи: визначення кількості завислих речовин, розчинених речовин та прожареного залишку розчинених речовин у воді методом гравіметрії.

Загальні положення

Під завислими речовинами розуміють частки мінерального і органічного походження розміром 10^{-4} мм, які знаходяться у воді.

Розчинені речовини – це загальний вміст розчинених у воді мінеральних та частково органічних речовин, температура кипіння яких перевищує 110°C , нелетких з водяною парою і ті, що не розкладаються при вказаній температурі.

Прожарений залишок дає орієнтовне уявлення про мінеральний склад води, а втрата при прожарюванні вказує на кількість органічних сполук у воді.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Циліндри місткістю 100-1000 см³;
- Паперові фільтри “синя стрічка”;
- Бюкси;
- Фарфорові тиглі;
- Фарфорова чашка;

Прилади:

- Сушильна шафа;
- Аналітичні ваги;
- Муфельна піч;
- Ексикатор;

Рекомендації щодо виконання роботи

Завислі речовини

Об'єм води, який необхідний для визначення, залежить від припускнуго вмісту в ній завислих речовин і може бути знайдений за даними, що представлені в таблиці 4.1.

Таблиця 4.1. Необхідний об'єм проби води для визначення завислих речовин

Припускнуий вміст завислих речовин, мг/л	Менше 10	10-50	50-100	100-500	Більше 500
Об'єм проби, л	1.5-2	1.0	0.5	0.25	0.1

Паперові беззольні фільтри “синя стрічка” розміщують в бюксах з відкритими кришками у сушильній шафі, нагрівають до 105 °С, висушують протягом 2 годин, закривають кришками, охолоджують в ексікаторі і зважують на аналітичних вагах. Доводять у сушильній шафі до постійної маси, проводячи повторне висушування, охолоджуючи та зважуючи. Для визначення завислих речовин відміряють циліндром об'єм ретельно перемішаної проби. Після перенесення проби на попередньо підготовлений фільтр стінки циліндру промивають невеликою кількістю дистильованої води, а осад на фільтрі промивають дистильованою водою (об'єм 70 – 80 мл). Фільтр з осадом висушують на повітрі, потім розміщують в бюксі і у відкритому вигляді висушують 2.5 – 3.0 години при 105 °С, закривають бюкс, охолоджують в ексікаторі і зважують. Висушування, охолодження і зважування повторюють до досягнення постійної маси (розбіжність в 4 знаці не повинна перевищувати 5 одиниць).

Примітка: при проведенні аналізу при дуже високому вмісті завислих речовин в воді визначати завислі речовини можна фільтруванням на воронці Бюхнера.

Розчинені речовини

Для визначення кількості розчинених речовин використовують фільтрат після визначення завислих речовин об'ємом 100-200 мл. Визначення розчинених речовин проводять у фарфоровій чашці ємністю 50 мл. Чашку попередньо треба прожарити в муфельній печі протягом 1 години при температурі 600 °С, охолодити в ексікаторі і зважити. В прокалену і зважену чашку наливають фільтрат після визначення замулених речовин і випарюють на водяній бані, підливають фільтрат в чашку по мірі його випаровування. Після випарювання стакан промивають невеликим об'ємом дистильованої води і зливають в чашку.

Після випарювання чашку з зовнішньої сторони протирають фільтром, який змочений розбавленою соляною кислотою і обмивають соляною кислотою, а потім висушують в сушильній шафі при температурі 105 °С протягом 2 годин, потім охолоджують в ексікаторі і зважують. Масу доводять до постійної.

Визначення прокаленого залишку розчинених речовин

Чашку з розчиненими речовинами розташовують в муфельній печі, запалюють розчинені речовини, потім прожарюють при температурі 600 °С протягом 1 години. Чашку охолоджують до постійної маси.

Примітка: Перед кожним послідовним визначенням чашки потрібно кип'ятити в соляній кислоті, потім ретельно промивати водопровідною водою і промивати дистильованою водою, після чого прожарити в муфельній печі 30 – 40 хвилин при температурі 600 °С, після охолодження в ексікаторі перевіряти масу.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Вміст завислих речовин розраховують за формулою:

$$X = \frac{(a - e) \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л} \quad (4.1)$$

де а – маса бюксу з осадом завислих речовин на фільтрі, мг;

в – маса бюксу з фільтром, мг;

V – об'єм води для аналізу, мл.

Розрахунок вмісту розчинених речовин, мг/л, визначають за слідуючою формулою:

$$X = \frac{(a - b) \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л} \quad (4.2)$$

де а – маса чашки з розчиненими речовинами, мг;

в – маса пустої чашки, мг;

V – об'єм води для аналізу, мл.

Вміст прожареного залишку (мінеральної частини розчинених речовин) визначають за формулою:

$$Y = \frac{(c - d) \cdot 1000}{V} \quad (4.3)$$

де с – маса чашки з залишком, що був прожарений, мг;

d – маса пустої чашки, мг;

V – об'єм води для аналізу, мл.

Втрати при прожарюванні (органічна частина розчинених речовин):

$$Z = X - Y \quad (4.4)$$

У визначеннях усіх показників розбіжність між паралельними пробами не повинна перевищувати 5 %.

ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ЛУЖНОСТІ ТА КИСЛОТНОСТІ ВОДИ

Мета роботи: визначення лужності та кислотності води.

Загальні положення

Лужність – одна з найважливіших характеристик якості води.

Під лужністю природних та очищених вод розуміють здатність деяких компонентів вод зв'язувати еквіваленту кількість сильних кислот (тобто реагувати з кислотами). Лужність природних вод обумовлена наявністю у воді аніонів слабких кислот (карбонатів, гідрокарбонатів, силікатів, фосфатів, сульфатів та гідросульфатів, сульфідів та гідросульфідів, аніонів гумінових кислот) – їхня сума називається **загальною лужністю**. Але через незначну концентрацію багатьох аніонів, лужність, головним чином, визначається аніонами карбонатної кислоти (**карбонатна лужність**) та гумінових фульвокислот, які переходять у водні розчини з ґрунту та мулу (**гуматна лужність**).

Аніони карбонатів та гідрокарбонатів, гідролізуючи, утворюють гідроксильні іони:



Лужність води визначається титруванням проб води розчином сильної кислоти (соляної або сірчаної) в присутності хімічних індикаторів або електрометрично по рН-метру.

На лужність природної води суттєво впливають вуглекислотні сполуки. Кількісне співвідношення між різними карбонатними формами у воді визначає величина рН.

При титруванні проб води мають місце наступні реакції з гідроксильним, карбонатним і гідрокарбонатним іонами:



При титруванні проби по індикатору фенолфталеїну відбувається перехід забарвлення проходить при рН=8.3 – до цього моменту завершуються реакції 5.1 та 5.2 і починається реакція 5.3. Отже лужність по фенолфталеїну (або вільна лужність води $\text{Л}_{\text{віль}}$) визначається вмістом гідратів та половини карбонатів, бо останні нейтралізуються тільки наполовину, до HCO_3^- - іонів. При рН<8.3 вільна лужність води дорівнює нулю, загальна лужність при цьому обумовлена наявністю гідрокарбонатів (HCO_3^-).

У більшості природних вод іони HCO_3^- зв'язані з іонами кальцію та магнію. Тому у випадках, коли лужність за фенолфталеїном дорівнює нулю, можна вважати, що загальна лужність дорівнює її карбонатній твердості.

Індикатор метиловий рожевий змінює забарвлення при рН=4.3, в момент завершення реакції 5.3. Тому лужність по метиловому рожевому (або загальна лужність води $\text{Л}_{\text{заг}}$) визначається вмістом гідратів, карбонатів і гідрокарбонатів. При рН<4.3 загальна лужність води дорівнює нулю.

Отже основним компонентом лужності природних вод при рН<8.3 є іон HCO_3^- (гідрокарбонатна лужність), при рН>8.3 – іони HCO_3^- , CO_3^{2-} OH^- (гідрокарбонатна, карбонатна і гідратна лужність).

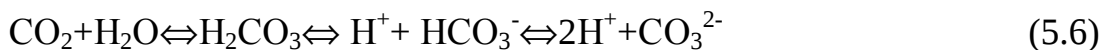
Якщо колірність природних вод сягає 40 і більше градусів, потрібно враховувати також гуматну лужність, яка визначається вмістом іонів

гумінової та фульвокислот. Гуматна лужність визначається титруванням водного розчину їдким натрієм після визначення загальної лужності.

Результати визначення лужності виражаються в кількості мілімоль-речовини на літр води (ммоль/л).

Кислотність води називається вміст у воді речовин, які вступають в реакцію з сильними лугами (їдкий натрій, їдкий калій).

У звичайних природних водах кислотність у більшості випадків залежить тільки від вмісту вільного двоокису карбону, що знаходить у рівновазі:



Частину кислотності створюють також гумінові кислоти й інші слабкі органічні кислоти і катіони слабких основ (іони амонію, заліза, алюмінію, органічних основ), що зумовлюють **природну кислотність**. рН такої води не буває нижче за 4.5.

Промислові стічні води можуть містити сильні кислоти або солі сильних кислот і слабких лугів (частіше за все залізо або алюміній), які піддаються гідролізу. В результаті чого кислотність води збільшується. рН води в таких випадках нижче 4.5.

Та частина кислотності, при якій рН води знижується до 4.5 і нижче, називається **вільною кислотністю М**.

Кислотність води визначається титруванням розчином лугу. Кількість розчину лугу, при витраті якого рН розчину досягає значення 4.5, відповідає вільній кислотності **М**. Кількість розчину лугу, при витраті якого рН розчину досягає значення 8.3, відповідає **загальній кислотності Р**. Якщо рН води більше 8.3, то її кислотність дорівнює нулю.

Результати визначення кислотності виражаються кількістю мілімоль речовини в 1 літрі води (ммоль/л).

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Мірні колби місткістю 250, 500 см³;
- Піпетки місткістю 100 см³;
- Бюретки;

Реактиви:

- Метиловий рожевий;
- Фенолфталеїн;
- Розчин їдкого натрію з концентрацією $C(\text{NaOH})=0.1$ моль/л;
- Розчин соляної кислоти з концентрацією $C(\text{HCl})=0.1$ моль/л.

Рекомендації щодо виконання роботи

Визначення лужності води

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл додають 2-3 краплі розчину фенолфталеїну. Якщо з'явився колір, воду титрують 0.1 М розчином соляної кислоти до знебарвлення. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до $\text{pH}=8.3$). Потім в ту ж саму колбу додають 2-3 краплі розчину метилового рожевого і продовжують титрування 0.1 М розчином соляної кислоти до зміни забарвлення з жовтого до рожевого. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до $\text{pH}=3.6$). Записують об'єм 0.1 М розчину соляної кислоти, який пішов на титрування з фенолфталеїном та загальний об'єм 0.1 М розчину соляної кислоти, який пішов на все титрування.

Визначення кислотності води

Попередньо визначають вільну кислоту по метиловому рожевому (кисла реакція), або вимірюють рН ($\text{pH}<4.5$). Якщо попереднє визначення показало наявність вільної кислоти, то проводять визначення вільної та загальної кислотності.

Визначення вільної кислотності M

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл додають 2-3 краплі розчину метилового рожевого і титрують 0.1 М розчином їдкого натрію до появи жовтого кольору. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до рН=4.5).

Визначення загальної кислотності P

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл додають 2-3 краплі розчину фенолфталеїну і титрують 0.1 М розчином їдкого натрію до появи рожевого кольору. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до рН=8.3).

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Загальну лужність води ($L_{\text{заг}}$) розраховують за формулою:

$$L_{\text{заг}} = \frac{V \cdot C\left(\frac{1}{Z} \text{HCl}\right) \cdot 1000}{V_1}, \text{ ммоль/л} \quad (5.7)$$

де V – загальний об'єм розчину соляної кислоти, який пішов на титрування об'єму води, що досліджується, мл;

$C((1/Z)\text{HCl})$ – концентрація розчину соляної кислоти;

$C((1/Z)\text{HCl}) = C(\text{HCl})$, моль/л;

V_1 – об'єм води для аналізу, мл.

Якщо лужність по фенолфталеїну дорівнює нулю, загальна лужність дорівнює карбонатній твердості.

Для розрахунку некарбонатної (постійної) твердості додатково визначають лужність води по фенолфталеїну ($L_{\text{ф}}$) за наступною формулою:

$$L_{\text{ф}} = \frac{V_2 \cdot C\left(\frac{1}{Z} \text{HCl}\right) \cdot 1000}{V_1}, \text{ ммоль/л} \quad (5.8)$$

де V_2 – об'єм розчину соляної кислоти, який пішов на титрування об'єму досліджуваної води по фенолфталеїну, мл;

Некарбонатну (постійну) твердість визначають як різницю між загальною та карбонатною твердістю.

Вільну кислотність M та загальну кислотність P визначають відповідно за формулами:

$$M = \frac{V_1 \cdot C\left(\frac{1}{Z} NaOH\right) \cdot 1000}{V}, \text{ ммоль/л} \quad (5.9)$$

$$P = \frac{V_2 \cdot C\left(\frac{1}{Z} NaOH\right) \cdot 1000}{V}, \text{ ммоль/л} \quad (5.10)$$

де V_1 – об'єм розчину їдкого натрію, який пішов на титрування об'єму води, що досліджується, по метиловому рожевому, мл;

V_2 – об'єм розчину їдкого натрію, який пішов на титрування об'єму води, що досліджується, по фенолфталеїну, мл;

$C((1/Z)NaOH)$ – концентрація розчину їдкого натрію;

$C((1/Z)NaOH) = C(NaOH)$, моль/л;

V – об'єм води для аналізу, мл.

ВИЗНАЧЕННЯ ТВЕРДОСТІ ВОДИ

Мета роботи: визначення кальцієвої та магнієвої твердості води.

Загальні положення

Наявність у воді ряду хімічних речовин надає їй властивість, яку називають твердістю. Хоча твердість води не впливає на життя та здоров'я людей, вона стає небажаною за декількома причинами. Вона має низькі м'якучі властивості. В твердій воді погано розварюються харчові продукти, вони змінюють свої смакові якості. Тверда вода зовсім непридатна для використання в технологічних процесах, особливо в паросилових установках, парогенераторах, так як вона зумовлює перевитрати енергії, швидкий знос та поломку агрегатів: тверда вода шкідлива (агресивна) по відношенню до металевих конструкцій, трубопроводів, будівельних матеріалів.

Твердість води – це сукупність властивостей, які обумовлені наявністю у воді солей кальцію і магнію.

Розрізняють карбонатну (тимчасову) та не карбонатну (постійну) твердість.

Карбонатна твердість обумовлена наявністю у воді гідрокарбонатів кальцію та магнію і називається тимчасовою, оскільки її можна позбавитися за допомогою кип'ятіння.

Некарбонатна твердість води обумовлена наявністю кальцієвих та магнієвих солей сірчаної, соляної, азотної, фосфорної та кремнієвої кислот, які при кип'ятінні води залишаються в розчині. Така твердість називається постійною. Крім того, розрізняють кальцієву та магнієву твердість води.

Твердість води виражають кількістю “мілімоль-еквівалентів” розчинених солей кальцію та магнію в 1 літрі води. Раніше твердість представляли в “градусах”. 1 ммоль-екв твердості відповідає 2.8 град.

Вода за твердістю має таку класифікацію (табл. 6.1)

Таблиця 6.1. Класифікація води за твердістю

Клас води	мг-екв/л
Дуже м'яка	0-1.5
М'яка	1.5-3.0
Середня твердість	3.0-4.5
Достатньо тверда	4.5-6.5
Тверда	6.5-11
Дуже тверда	>11

Визначення карбонатної твердості води (загальної лужності) ґрунтується на титруванні води соляною кислотою певної концентрації. В тих випадках, коли лужність води по фенолфталеїну дорівнює нулю, можна вважати, що загальна лужність води дорівнює її карбонатній твердості.

Комплексометричним методом здійснюється визначення загальної твердості води, що базується на властивості трилону Б зв'язувати іони кальцію та магнію в трилонні комплексні сполуки, оптимальним умовами утворення яких є $\text{pH}=8-10$ (використовується буферний розчин $\text{NH}_4\text{OH}+\text{NH}_4\text{Cl}$).

Спочатку визначається загальна твердість води. Потім іони кальцію осаджують у вигляді оксалату кальцію, видаляють осад і визначають магнієву твердість фільтрату. Кальцієву твердість води визначають як різницю між загальною та магнієвою твердістю.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Мірні колби місткістю 250, 500, 1000 cm^3 ;
- Колби місткістю 250 cm^3 ;
- Піпетки місткістю 100 cm^3 ;
- Бюретки;
- Беззольний фільтр (синя стрічка).

Реактиви:

- Метиловий рожевий;
- Фенолфталеїн;
- Соляна кислота 0.1 М розчин;
- Аміачний буферний розчин;
- Еріохром чорний Т;
- Трилон Б з концентрацією $C((1/Z)T_B)=0.05$ моль/л;
- Оксалат амонію 5 %-ий розчин;
- Спеціальний буферний розчин

Рекомендації щодо виконання роботи**Приготування аміачного буферного розчину**

До 20 г хлориду амонію додають 100 мл 20 %-го розчину аміаку і доводять загальний об'єм розчину дистильованою водою до 1 л (бажано перевірити рН приготовленого розчину на рН-метрі і, якщо воно відрізняється від значення 9 ± 0.5 , відкорегувати його).

Приготування спиртового розчину індикатора еріохрому чорного Т

До 0.5 г індикатору додають 10 мл аміачного розчину і доводять загальний об'єм етанолом до 100 мл.

Допускається для використання в якості індикатора приготувати суміш еріохром чорного Т і хлориду натрію. Для цього необхідно ретельно здрібнити та перемішати дані солі у співвідношенні відповідно 1:200 (по масі).

Приготування спеціального буферного розчину

До 67.5 г хлориду амонію додають 570 мл 25 %-го розчину аміаку і доводять загальний об'єм розчину дистильованою водою до 1 л (бажано перевірити рН приготовленого розчину на рН-метрі і, якщо воно відрізняється від значення 9 ± 0.5 , відкорегувати його).

Загальна лужність та карбонатна твердість води

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл додають 2-3 краплі розчину фенолфталеїну. Якщо з'явився колір, воду титрують 0.1М розчином соляної кислоти до знебарвлення. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до $\text{pH}=8.3$). Потім в ту ж саму колбу додають 2-3 краплі розчину метилового рожевого і продовжують титрування 0.1 М розчином соляної кислоти до зміни забарвлення з жовтого до рожевого. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до $\text{pH}=3.6$). Записують об'єм 0.1 М розчину соляної кислоти, який пішов на титрування з фенолфталеїном та загальний об'єм 0.1 М розчину соляної кислоти, який пішов на все титрування.

Загальна твердість води

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл додають 5-10 мл аміачного буферного розчину, додають 6-7 крапель індикатору еріохрому чорного Т, який з іонами кальцію та магнію утворює комплекси червоного кольору. Наявність вказаного кольору розчину, після введення індикатора, говорить про присутність іонів кальцію та магнію. Потім даний розчин титрують розчином трилону Б з концентрацією $C((1/Z)T_B)=0.05\text{моль/л}$ до переходу забарвлення в синій колір.

Кальцієва та магнієва твердість

До 100 мл води, що досліджується, в конічну колбу на 250 мл приливають 1 мл спеціального буферного розчину та 10-15 мл 5 %-го розчину оксалату амонію. При цьому випадає осад CaC_2O_4 , який не менше як через 30 хв. відфільтровують через щільний беззольний фільтр (синя стрічка). Осад на фільтрі промивають 2 рази невеликою кількістю холодної дистильованої води. Промивні води додають до фільтрату і визначають її твердість: додають 5-10 мл аміачного буферного розчину, додають 6-7 крапель індикатору еріохром чорного Т і титрують розчином трилону Б з концентрацією $C((1/Z)T_B)=0.05\text{ моль/л}$ до переходу забарвлення в синій колір.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Загальну лужність води ($L_{\text{заг}}$) розраховують за формулою:

$$L_{\text{заг}} = \frac{V \cdot C\left(\frac{1}{Z} \text{HCl}\right) \cdot 1000}{V_1}, \text{ ммоль/л} \quad (6.1)$$

де V – загальний об'єм розчину соляної кислоти, який пішов на титрування об'єму води, що досліджується, мл;

$C((1/Z)\text{HCl})$ – концентрація розчину соляної кислоти;

$C((1/Z)\text{HCl}) = C(\text{HCl})$, моль/л;

V_1 – об'єм води для аналізу, мл.

Якщо лужність води по фенолфталеїну не дорівнює нулю, то її розраховують за слідуючою формулою:

$$L_{\phi} = \frac{V_2 \cdot C\left(\frac{1}{Z} \text{HCl}\right) \cdot 1000}{V_1}, \text{ ммоль/л} \quad (6.2)$$

де V_2 – об'єм розчину соляної кислоти, який пішов на титрування об'єму води, що досліджується, по фенолфталеїну мл;

Загальна твердість води $T_{\text{заг}}$ розраховують за формулою:

$$T_{\text{заг}} = \frac{V_1 \cdot C\left(\frac{1}{Z} T_B\right) \cdot 1000}{V}, \text{ ммоль/л} \quad (6.3)$$

де V_1 – об'єм розчину трилону Б, який пішов на титрування об'єму досліджуваної води, мл;

$C((1/Z)T_B)$ – концентрація трилону Б, моль/л;

V – об'єм води для аналізу, мл.

Магнієва твердість води T_{Mg} розраховують за формулою:

$$T_{Mg} = \frac{V_2 \cdot C\left(\frac{1}{Z} T_B\right) \cdot 1000}{V}, \text{ ммоль/л} \quad (6.4)$$

де V_1 – об'єм розчину трилону Б, який пішов на титрування, мл;

$C((1/Z)T_B)$ – концентрація трилону Б, моль/л;

V – об'єм води для аналізу, мл.

Кальцієву твердість води визначають як різницю між загальною та магнієвою твердістю.

ВИЗНАЧЕННЯ АКТИВНОЇ РЕАКЦІЇ ВОДИ (pH)

Мета роботи: визначення активної реакції води.

Загальні положення

Молекули води частково зазнають дисоціації з утворенням іона гідроксонія за схемою:



Цю схему у спрощеному вигляді записують як:



Здатність води дисоціювати на іони водню і гідроксилу (активна реакція води) є ступінню її кислотності або лужності і характеризується кількісно концентрацією водневих іонів.

Добуток концентрації водневих і гідроксильних іонів є величиною постійною при постійній температурі і складає 10^{-14} г-іон/л (при 25 °C). Так як у нейтральному розчині концентрація водневих іонів дорівнює концентрації гідроксильних іонів, то при 25 °C

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7} \text{ (г-іон/л)} \quad (7.3)$$

При $[\text{H}^+] > 10^{-7}$ розчин має кислу реакцію, при $[\text{H}^+] < 10^{-7}$ – лужну. Концентрацію іонів водню прийнято виражати за допомогою водневого показника pH, який являє собою негативний десятковий логарифм концентрації іонів водню, який виражається в г-іон/л.

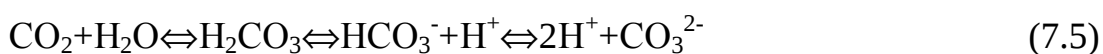
$$\text{pH} = -\lg C_{\text{H}^+} \quad (7.4)$$

В нейтральних розчинах $pH=7$, в кислих - $pH<7$, в лужних - $pH>7$. Шкала вимірювання має діапазон від 0 до 14.

Величина pH є важливою характеристикою для оцінки якості води. У більшості поверхневих вод pH коливається в межах від 6.5 до 8.5; підземні води іноді мають збільшене значення pH ; кислу реакцію середовища мають болотні води (4-4.5), води сульфідних та колчеданних родовищ.

Звичайно pH природних вод даного джерела є постійною величиною, що обумовлює наявність буферної системи, яка складається з вільної вуглекислоти та гідрокарбонатів. Тому помітні зміни pH можуть бути показником забруднення води побутовими та промисловими стоками.

Активна концентрація іонів водню у воді визначається хімічним складом та концентрацією речовин, що містяться у воді. Вміст іонів водню (точніше гідроксонію) у природних водах визначається в основному кількісним співвідношенням концентрацій вугільної кислоти і її іонів:



Для поверхневих вод, що містять невеликі кількості двооксиду карбону, характерна лужна реакція. Зміни pH тісно пов'язані з процесами фотосинтезу (через споживання CO_2 водяною рослинністю). Джерелом іонів водню є гумусові кислоти, що присутні в ґрунтах. Гідроліз солей важких металів відіграє значну роль у тих випадках, коли у воду потрапляють значні кількості сульфатів заліза, алюмінію, міді та інших металів:



Природні води в залежності від pH доцільно поділяти на сім груп (табл. 7.1)

Таблиця 7.1. Класифікація природних вод в залежності від рН

Сильно кислі води	$\text{pH} < 3$	Результат гідролізу солей важких металів (шахтні та рудні води)
Кислі води	$\text{pH} = 3 \div 5$	Надходження у воду карбонатної кислоти, фульвокислот та інших органічних кислот в результаті розкладання органічних речовин
Слабо кислі води	$\text{pH} = 5 \div 6.5$	Присутність гумусових кислот у ґрунті і болотних водах (води лісової зони)
Нейтральні води	$\text{pH} = 6.5 \div 7.5$	Наявність у водах $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$
Слабо лужні води	$\text{pH} = 7.5 \div 8.5$	Наявність у водах $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$, $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$ в великих кількостях
Лужні води	$\text{pH} = 8.5 \div 9.5$	Присутність Na_2CO_3 або NaHCO_3
Сильно лужні води	$\text{pH} > 9.5$	Присутність Na_2CO_3 або NaHCO_3 в великих кількостях

Показник активної концентрації іонів водню (рН) – одна з найважливіших характеристик води. Знати цю величину необхідно для вирішення ряду теоретичних та практичних питань.

Від концентрації іонів водню залежить розчинність $\text{Fe}(\text{OH})_2$ - $\text{Fe}(\text{OH})_3$ в даній воді, агресивність води по відношенню до заліза, інтенсивність процесів взаємодії природних вод з ґрунтами та гірськими породами.

Величина рН дає можливість визначити співвідношення різних форм слабких кислот (H_2CO_3 , H_2S), що містяться у воді (табл. 7.2).

Експериментальне визначення рН природних вод має за мету частковий контроль результатів хімічного аналізу.

Величину рН розчинів визначають колориметричним (наближено) або електрометричним (більш точно) методами.

Колориметричне визначення відрізняється швидкістю, але не дає точних результатів (особливо у випадку кольорових та каламутних розчинів)

і використовується для попередньої оцінки. Колориметричні методи ґрунтуються на зміні кольору індикатору в розчині або зафіксованого на індикаторному папері в залежності від концентрації іонів водню.

Таблиця 7.2. Співвідношення різних форм вуглекислоти в залежності від рН (в молярних частинах, %)

рН	4	5	6	7	8	9	10	11
форма								
[H ₂ CO ₃]	99.7	97.0	76.7	24.99	3.22	0.32	0.02	----
[HCO ₃ ⁻]	0.3	3.0	23.3	74.98	96.7	95.84	71.43	20.0
[HCO ₃ ²⁻]	----	----	----	0.03	0.08	3.84	28.55	80.0

Електрометричний метод визначення рН ґрунтується на застосуванні оборотних електродів, потенціал яких залежить від концентрації іонів водню в досліджуваному розчині. Визначення потенціалу електроду проводять за допомогою вимірювання електрорушійної сили елемента, який складається з стандартного електроду з постійним потенціалом (електрод порівняння) і досліджуваного електроду з невідомим потенціалом, який залежить від концентрації водневих іонів у розчині.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Хімічний посуд;
- Електроди.

Прилади:

- рН-метр;

Рекомендації щодо виконання роботи

Електрометричний метод визначення рН

Одним з найзручніших методів визначення активної реакції води є електрометричний метод, який дозволяє за допомогою електроду порівняння вимірювати даний показник з високою точністю.

Суть методу. До самих надійних та точних вимірювальних електродів належить скляний. Він являє собою трубку з напаяним на конус порожнистою кулькою з літєвого електродного скла. В середину електроду вливають 0.1 М розчин HCl, насичений хлоридом срібла, в який занурюють платиновий або срібний електрод, покритий хлоридом срібла. При занурюванні електроду в розчин між поверхнею кульки електроду і розчином виникає обмін іонами, в результаті якого іони літію в поверхневих шарах скла замінюються іонами водню. Між поверхнею скла та дослідним розчином виникає різниця потенціалів, величина якої залежить від активності (концентрації) іонів водню в розчині та його температури. Для виміру цієї різниці потенціалів створюють електричне коло. Внутрішній електрод цього кола забезпечує контакт з розчином, який заповнює внутрішню частину скляного електроду. Допоміжний електрод являє собою проточний хлорсрібний електрод. Він забезпечує контакт з досліджуваним розчином за допомогою електричного ключа – трубки, заповненої насиченим розчином хлориду калію та яка закінчується пористою перегородкою. Насичений розчин хлориду калію повинен безперервно повільно потрапляти в досліджуваний розчин зі швидкістю 20 мл/добу. Значення рН реєструється мілівольтметром, який градуований в одиницях рН; вплив температури компенсується спеціальним термокомпенсатором, вмонтованим у прилад.

Порядок виконання роботи

Увімкнути прилад в мережу.

Прогріти прилад 20-30 хвилин.

Занурити електроди в склянку з досліджуваним розчином на 1-2 хвилини.

Переключити прилад у рХ положення грубої шкали.

В залежності від значення рН на грубій шкалі переключити прилад у положення точного вимірювання.

На цифровій шкалі вказано значення рН.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

ВИЗНАЧЕННЯ ПЕРМАНГАНАТНОЇ ОКИСЛЮВАНOSTІ ВОДИ (за методом Кубеля)

Мета роботи: визначення окислюваності води за допомогою перманганату калію.

Загальні положення

Окислюваність – це показник, який свідчить про наявність у воді речовин-відновників (в основному органічних), що здатні окислюватись сильними окислювачами, наприклад: перманганатом та біхроматом калію. Окислюваність води являється одним з показників вмісту органічних речовин у воді. При забрудненні води органічними речовинами окислюваність її зростає, тому величина окислюваності є одним з характерних показників забруднення води.

Хімічний склад органічних речовин досить складний і залежить від їх походження. Розрізняють органічні речовини, що входять до складу гідробіонтів, і органічні речовини, що є продуктами життєдіяльності та розпаду відмерлих організмів. Ці органічні речовини мають різний ступінь окислюваності різними окисниками. Тому розрізняють перманганатну окислюваність (для легкоокислюваних органічних речовин) та біхроматну окислюваність (для важкоокислюваних речовин). Існують органічні речовини, які взагалі не здатні до окислення, це: пірідін, бензол, нафталін, парафін.

Окислюваність виражається кількістю міліграм кисню, який витрачається на окислення 1 літру води.

Поширеним методом визначення окислюваності природних вод, що містять переважно легкоокислювані речовини, є перманганатний метод (метод Кубеля), який базується на окисленні речовин, які присутні у пробі води, розчином перманганату калію в сірчанокиислому середовищі при кип'ятінні.

Реакція окислення перманганатом калію в кислому середовищі проходить за схемою:



Перманганат калію, який не пішов на реакцію, відновлюється щавлевою кислотою:



Цим методом рекомендується визначати окислюваність до 200 мгО₂/л. При визначенні окислюваності слід використовувати розбавлення проб води. Найбільше розбавлення проби стічної води може дорівнювати 20 (найменший об'єм проби, яка була взята для розбавлення 5 мл).

Без розбавлення визначається окислюваність до 10 мг О₂/л.

При наявності у воді сульфідів, нітритів, солей заліза (II), які мають відновлювані властивості та впливають на визначення окислюваності, слід визначити їх окремо, а результати перерахувати на окислюваність в мг О₂/л та відрахувати їх із знайденої загальної величини окислюваності проби води.

1 мг Н₂С відповідає 0.47 мг О;

1 мг NO₂⁻ відповідає 0.35 мг О;

1 мг Fe²⁺ відповідає 0.14 мг О;

На практиці “перманганатна” окислюваність становить 40-50 % від можливого окислення органічних речовин, які присутні у воді. Тому ця методика фактично дозволяє отримувати лише умовно порівняльні дані.

Найбільш повна і ефективна окислюваність майже всіх органічних сполук досягається біхроматом калію в сірчаній кислоті:



Це основний метод визначення окислюваності різних за складом вод. Більшість сполук окислюється цим реагентом на 90-100 %. Органічні речовини окислюються біхроматом калію до утворення двооксиду вуглецю і води, азот видаляється у вигляді газу. Біхромат калію використовується переважно для визначення окислюваності стічних вод.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Конічні колби для кип'ятіння місткістю 250-300 мл (нові колби обробляються розчином перманганату).
- Сляні лійки.
- Пемза або сляні кулі.
- Бюретки зі сляними кранами (крани не рекомендовано змазувати вазеліном).

Прилади:

- Електрична плитка

Реактиви:

- Сірчана кислота – розбавлений розчин (1:2);
- Щавлева кислота – розчин (основний) з концентрацією $C((1/Z)H_2C_2O_4)=0.1$ моль/л;
- Щавлева кислота – розчин (робочий) з концентрацією $C((1/Z)H_2C_2O_4)=0.01$ моль/л;
- Перманганат калію – розчин (основний) з концентрацією $C((1/Z)KMnO_4)=0.1$ моль/л;
- Перманганат калію – розчин (робочий) з концентрацією $C((1/Z)KMnO_4)=0.01$ моль/л.

Рекомендації щодо виконання роботи

Приготування розчину сірчаної кислоти

1 об'єм 96 % H_2SO_4 ч.д.а. при перемішуванні додають до 2 об'ємів дистильованої води. До отриманого розчину при температурі близько 40 °С додають розчин перманганату калію ($C((1/Z)\text{KMnO}_4)=0.01$ моль/л) до утворення рожевого кольору.

Приготування розчину щавлевої кислоти

Розчин щавлевої кислоти (основний) ($C((1/Z)\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.1$ моль/л) готують з фіксоналу в розбавленій сірчаній кислоті (1:15) і доводять об'єм при 20 °С до 1 л. Розчин зберігають у темній пляшці.

Розчин щавлевої кислоти (робочий) ($C((1/Z)\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4)=0.01$ моль/л) готують розведенням 100 мл основного розчину щавлевої кислоти до 1 л розведеною (1:15) сірчаною кислотою.

Приготування розчину перманганату калію

Розчин перманганату калію (основний) ($C((1/Z)\text{KMnO}_4)=0.1$ моль/л) готують з фіксоналу. Свіжеприготовлений розчин зберігають в темному місці. Титр розчину перевіряють через 2 тижня, попередньо профільтрувавши розчин через скловату в посуд з темного скла. Титр 0.1 Н розчину перманганату калію перевіряють 1 раз на місяць.

Для приготування розчину перманганату калію (робочий) ($C((1/Z)\text{KMnO}_4)=0.01$ моль/л) від титрований основний розчин перманганату ($C((1/Z)\text{KMnO}_4)=0.1$ моль/л) розбавляють в 10 разів. Для розбавлення використовують дистильовану воду, яка не містить окислюючих речовин.

Титр робочого розчину перманганату калію перевіряють 2 рази на тиждень. Похибка до титру 0.01 Н розчину не повинна перевищувати ± 0.05 . В іншому випадку, основний розчин перманганату калію слід відкоригувати.

Визначення окислюваності

Пробу води перед визначенням окислюваності попередньо відстоюють протягом 2-х годин (при необхідності розчин відфільтровують).

В колбу для визначення окислюваності вносять кілька скляних куль або уламків пемзи, додають об'єм проби, яка була попередньо доведена до 100 мл. Додають 5 мл сірчаної кислоти (1:2). Отриману суміш доводять до кипіння, знімають з плитки і додають до проби 20 мл робочого розчину перманганату ($C((1/Z)KMnO_4)=0.01$ моль/л). В колбу вставляють лійку, дану суміш доводять до кипіння і кип'ятять протягом 10 хвилин (точно). Початком кипіння вважають видалення першої бульбашки. Після цього до гарячого розчину приливають з бюретки 20 мл робочого розчину щавлевої кислоти ($C((1/Z)H_2C_2O_4)=0.01$ моль/л), перемішують і гарячу суміш (без кольору) титрують робочим розчином перманганату калію ($C((1/Z)KMnO_4)=0.01$ моль/л) до отримання рожевого кольору. Температура суміші при титруванні не повинна падати нижче 80 °С.

Якщо при кип'ятінні розчин втрачає колір або буріє, визначення повторюють з більш розбавленими пробами.

Одночасно проводять усі вище описані операції зі 100 мл дистильованої води.

Розбавлення проби вважається правильно підібраним, якщо окислення її проходить від 20 до 60 % об'єму перманганату калію, що додається (на титрування проби в даному випадку витрачається від 4 до 12 мл перманганату калію). Якщо результати не вкладаються в ці межі, необхідно змінити розбавлення проби. При витраті перманганату калію на титрування менше 4 мл, об'єм проби, що була взята для розбавлення, слід збільшити. При витраті на титрування перманганату калію більше 12 мл об'єм проби слід зменшити.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Окислюваність за Кубелем (X) в мг O₂/л розраховують за формулою:

$$X = \frac{(a - e) \cdot k \cdot 0.01 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{(a - e) \cdot k \cdot 80}{V} \quad (8.4)$$

де a – об'єм робочого розчину перманганату калію ($C((1/Z)KMnO_4)=0.01$ моль/л), який витрачається на титрування проби води, мл;

b – об'єм робочого розчину перманганату калію ($C((1/Z)KMnO_4)=0.01$ моль/л), який витрачається на титрування холостої проби, мл;

8 – молярна маса еквіваленту кисню, г;

V – об'єм проби, л.

k – поправочний коефіцієнт до молярної концентрації еквівалентів розчину перманганату калію.

Якщо поправка до титру розчину перманганату калію має значення від 0.955 до 1.005, то при розрахунку результатів її можна не враховувати.

Розбіжність між паралельними пробамі не повинна перевищувати 5%.

ВИЗНАЧЕННЯ АГРЕСИВНОСТІ ВОДИ

Мета роботи: визначення кількості агресивного двоокису вуглецю у воді.

Загальні положення

Вуглекислота міститься в природних водах як у вільному стані (у вигляді розчиненого у воді газу), так і у вигляді іонів (CO_3^{2-} , HCO_3^-). Відомо, що вуглекислі солі складають часто більше 50 % загальної кількості солей, що містяться в природних водах. Між різними формами вуглекислоти існує стан динамічної рівноваги:



Для підтримання в розчині певної кількості іонів HCO_3^- потрібна певна кількість вуглекислоти. Та кількість вуглекислоти, яка потрібна для підтримки в розчині гідрокарбонатів одержала назву **рівноважної** вуглекислоти. Надлишок вуглекислоти, який перевищує рівноважну її кількість, здатний реагувати з CaCO_3 , переводячи її в розчин



Вода, що містить вуглекислоту в концентрації, що перевищує рівноважну, називають **агресивною**, а надлишок CO_2 – агресивним.

При недостатній кількості CO_2 , рівновага буде зміщуватись вліво, іони HCO_3^- будуть розкладатись, а утворені карбонат-іони зв'язуватись іонами кальцію і вилучатись з розчину у вигляді осаду CaCO_3 :



Якщо концентрація вуглекислоти у воді співпадає з рівноважною, вода називається **стабільною**, вона не розчиняє і не виділяє CaCO_3 із розчину.

Стабільна вода при контакті з металевою або бетонною поверхнею в продовж довгого часу не змінює свій склад.

Порушенню стабільності води можуть спричинити присутність в ній двоокису вуглецю, низькі показники рН, перенасиченість такими сполуками, як: карбонат кальцію, гідрокарбонат кальцію, гідрокарбонат магнію, гідроксид магнію.

Величина, яка характеризує стабільність води визначається показником стабільності C .

Показник стабільності можна визначити по відношенню кількості гідрокарбонатних іонів, що утворилась при насиченні проби природної води карбонатом кальцію – CaCO_3 . кількість гідрокарбонатних іонів у воді можна визначити титруванням води кислотою (тобто визначенням її лужності). Отже, показник стабільності може бути визначений співвідношенням:

$$C = \frac{L_{\text{поч}}}{L_{\text{нас}}} \quad (9.4)$$

де $L_{\text{поч}}$ – лужність води в природному стані, ммоль/л;

$L_{\text{нас}}$ – лужність води після насичення CaCO_3 , ммоль/л

Вода стабільна, якщо $C=1$. Вода агресивна якщо $C<1$. Вода схильна до видалення з розчину карбонату кальцію при $C>1$.

Таким чином, кількість агресивного CO_2 у воді може бути визначена експериментально по розчинності карбонату кальцію в цій воді, і, навпаки, по кількості агресивної вуглекислоти може визначити розчинність карбонату кальцію в даній воді.

Кількість агресивної вуглекислоти може бути визначена або експериментально, або шляхом розрахунків з допомогою номограм.

Експериментальне визначення агресивного CO_2 у воді базується на приготуванні спеціальної проби води, одержаної шляхом змішування певної кількості досліджуваної води з карбонатом кальцію, та визначенні кількості карбонату кальцію, який перейшов у розчин.

Кількість агресивної вуглекислоти може бути визначена також шляхом розрахунків з допомогою номограм.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Конічні колби місткістю 250 мл;
- Щільні фільтри (синя стрічка);
- Бюретки.

Прилади:

- Терези.

Реактиви:

- Соляна кислота з концентрацією $C((1/Z)\text{HCl})=0.05-0.1$ моль/л;
- Метиловий рожевий, 0.1%-ий розчин;
- Карбонат кальцію.

Рекомендації щодо виконання роботи

Готують спеціальну пробу води, яка містить вуглекислий кальцій; до 250 мл води додають 2-3 г хімічно чистого карбонату кальцію. Пробу періодично взбовтують протягом 5-6 днів по кілька разів в день, після чого воду фільтрують. Фільтрат повинен бути абсолютно прозорим.

Від фільтрату відбирають 100 мл розчину і титрують в присутності метилового рожевого розчином соляної кислоти з концентрацією $C((1/Z)\text{HCl})=0.05-0.1$ моль/л до зміни забарвлення з жовтого до рожевого. (При електрометричному титруванні на рН-метрі титрують до $\text{pH}=3.6$). Записують об'єм розчину соляної кислоти, який пішов на титрування.

Для розрахування результату проводять визначення гідрокарбонат-іону в тій самій воді без обробки карбонатом кальцію.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Кількість агресивного CO₂ (мг/л) розраховують за формулою:

$$X = \frac{(a - b) \cdot C \cdot 22 \cdot 1000}{V_{np}} \quad (9.5)$$

де a – об'єм соляної кислоти, який витрачається на титрування спеціальної проби води, мл;

b – об'єм соляної кислоти, який витрачається на титрування проби води без обробки карбонатом кальцію, мл;

C – концентрація розчину соляної кислоти, $C((1/Z)HCl)$, моль/л ;

22 – молярна маса еквівалентів CO₂ для даної реакції, г;

V_{np} – об'єм проби води, мл.

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ВІЛЬНОГО ТА АГРЕСИВНОГО ДВООКИСУ ВУГЛЕЦЮ ЗА НОМОГРАМАМИ

Мета роботи: теоретичне визначення кількості вільного та агресивного двоокису вуглецю у воді за номограмами.

Загальні положення

Цей метод можна застосовувати в тих випадках, коли у воді крім вуглекислоти та її солей інші кислоти та їх солі містяться в незначних кількостях.

Для визначення вмісту вільного двоокису вуглецю (CO_2 вільн) та агресивного двоокису вуглецю (CO_2 агр) необхідні наступні вихідні дані аналізу води:

- температура води, t , $^{\circ}\text{C}$;
- загальний вміст солей, P , мг/л;
- загальна лужність, L , ммоль/л;
- рН води;
- концентрація іонів кальцію, мг/л.

Обладнання, прилади, реактиви

Прилади:

- Номограми.

Рекомендації щодо виконання роботи

Вільний двоокис вуглецю

Вміст у воді вільного двоокису вуглецю визначають за номограмами (рис. 1) в наступній послідовності:

Рис. 1. Номограма для визначення концентрації вільної вуглекислоти у воді.

1. З'єднують лінійкою на шкалах 1 і 3 поділки, які відповідають температурі та загальному солемісту; позначають точку перетину лінійкою з німою шкалою 2;
2. З'єднують цю позначку з поділкою, яка відповідає лужності води на шкалі 4; позначають точку перетину прямої зі шкалою 3, яка в даному випадку використовується в якості німої;
3. Отриману помітку на шкалі 3 з'єднують з відповідною поділкою на шкалі 5 (рН) і на продовженні прямої у місці її перетину зі шкалою 6 знаходять концентрацію вільного двоокису вуглецю (CO_2 вільн).

Агресивний двоокис вуглецю

Для визначення вмісту у воді агресивного двоокису вуглецю використовують інші номограми (рис. 2, 3).

Спочатку за даними хімічного аналізу води на рис. 2 знаходять значення допоміжної величини А. Для цього з'єднують значення Р і t і позначають на німій шкалі 4 точку, яка потім з'єднається з величиною (Ca^{2+}). На перетині зі шкалою 3 знаходять значення величини А.

Рис. 2. Номограма для визначення допоміжного фактору А.

Якщо величина А відома, концентрацію двоокису вуглецю знаходять за номограмою (рис. 3).

На полі цієї номограми знаходять точку, яка відповідає попередньо визначеним значенням (CO_2 вільн) і загальній лужності води (Л). Якщо ця точка лежить вище кривої, яка відповідає величині А, то вода містить агресивний двоокис вуглецю, якщо нижче, агресивний двоокис вуглецю у воді відсутній.

Рис.3. Номограма для визначення концентрації у воді агресивної вуглекислоти.

Для того, щоб знайти концентрації агресивного двоокису вуглецю в першому наближенні, треба провести через цю точку з координатами Л та $\text{CO}_{2\text{вільн}}$ пряму паралельно прямим, які нахилені зліва направо, до перетину з кривою, що відповідає величині А.

Ордината цієї точки відповідає концентрації рівноважної вуглекислоти (CO_2 рівн), а різниця між CO_2 вільн та CO_2 рівн дає концентрацію агресивної вуглекислоти:

$$(\text{CO}_2 \text{ агр})^1 = \text{CO}_2 \text{ вільн} - \text{CO}_2 \text{ рівн} \quad (10.1)$$

де $(\text{CO}_2 \text{ агр})^1$ – концентрація CO_2 , що визначена у першому наближенні. При послідовному уточнюванні її позначають $(\text{CO}_2 \text{ агр})^2$.

Для уточнювання отриманого результату треба підрахувати кількість кальцію, яка переходить в розчин в результаті розчинення CaCO_3 знайденою кількістю $(\text{CO}_2 \text{ агр})^1$ за формулою:

$$[\text{Ca}^{2+}]^1 = [\text{Ca}^{2+}] + 0.91[\text{CO}_2 \text{ агр}] \quad (10.2)$$

де $[\text{Ca}^{2+}]$ – вміст кальцію у воді відповідно аналізу, мг/л

Після цього знову визначають за номограмою (рис. 2) величину A , використовуючи величину $[Ca^{2+}]^1$ та попередні значення P і t . За допомогою отриманої величини A , а також відомих величин CO_2 вільн та L за номограмою (рис. 3) знаходять більш точне значення CO_2 рівн та CO_2 агр.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

ПРИКЛАД.

Аналіз проби містить такі значення:

1. температура (t) - $5^{\circ}C$
2. загальний солевміст (P) – 174.7 мг/л
3. загальна лужність (L) – 1.2 ммоль/л
4. концентрація кальцію – 30.06 мг/л
5. $pH=6.8$

Після проведення усіх необхідних операцій визначаємо за номограмою 1 вміст вільної вуглекислоти. CO_2 вільн складає 26 мг/л.

Потім за номограмою 2 визначаємо величину A . Вона становить 0.23 (0.24). Далі за номограмою 3 знаходимо концентрацію агресивної вуглекислоти, попередньо визначивши концентрацію рівноважного двоокису вуглецю. CO_2 рівн = 2.3 мг/л. Тоді

$$CO_2 \text{ агр} = CO_2 \text{ вільн} - CO_2 \text{ рівн} = 26 - 2.3 = 23.7 \text{ мг/л.}$$

РАДІОХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ПРИРОДНИХ ВОД

Мета роботи: провести радіохімічний аналіз природної води на вміст радіоактивних речовин, а також кількісне визначення в ній елементу К та ізоотопу ^{40}K .

Загальні положення

Природна вода в залежності від середовища, в якому формується її склад, може містити радіоактивні речовини. Ці речовини бувають природного (земного, атмосферного) або штучного походження.

Наявність у воді радіонуклідів обумовлено розчиненням в ній різних мінералів (гірських порід, глинистих ґрунтів), до складу яких входять ізоотопи природних радіоактивних родин ^{238}U , ^{235}U , ^{232}Th , а також ряд інших природних радіоактивних елементів, які не увійшли в число радіоактивних родин.

Важливим представником цієї групи ізоотопів, що обумовлює значний внесок радіоактивного природного фону, є ^{40}K .

Взаємодія космічних променів з газами верхніх шарів атмосфери приводить до утворення, так званих, продуктів “космічного синтезу” – радіоактивних елементів ^{14}C , ^{10}Be , ^3H , які також потрапляють у природну воду. Ступінь радіоактивних забруднень води в цьому випадку порівняно невелика, хоча і збільшується із ростом мінералізації.

Розвиток ядерної енергетики і розширення виробництва та сфер впровадження радіоактивних ізоотопів в різних галузях промисловості, науки, техніки, медицини розширило можливості забруднення природних вод штучними радіонуклідами. Найбільш небезпечними з них є ^{90}Sr , ^{137}Cs , ^{131}I .

В даній роботі для вимірювання радіоактивного випромінювання використовують іонізаційний та сцинтиляційний методи.

Іонізаційний метод (радіометр “Бета”). Радіоактивне випромінювання можна виявити та виміряти спеціальними детекторами, які являють собою газорозрядні лічильники (Гейгера-Мюллера) – у таких приладах використана спроможність елементарних часток іонізувати газ. Газорозрядні лічильники споряджені двома електродами, які розміщені в замкнутому газовому просторі (як правило аргоні з добавками багатоатомного газу). Щоб лічильник запрацював, до електродів потрібно прикласти певну різницю потенціалів. Елементарна атомна частка або квант енергії потрапивши в середину такого лічильного приладу іонізує газ і утворює коротке замикання електродів, що і породжує електричний імпульс.

Сцинтиляційний метод (радіометр РУБ-91, РУГ-91 “Адані”). Принцип роботи цих радіометрів базується на підрахунку числа світлових спалахів, які утворюються в сцинтиляційному детекторі, коли в нього потрапили β - частки (РУБ-91), або γ - кванти (РУГ-91).

Число зареєстрованих за мірничу одиницю спалахів, однозначно пов’язано з активністю досліджуваного зразка.

Як уже зазначалося, серед поширених у природі радіоактивних елементів значний внесок в зовнішній радіоактивний фон завдає ізоотп ^{40}K . Його частка складає 0.0119 % від загальної кількості елементарного калію у природі. Це співвідношення зберігається не тільки в мінералах, а також і у природних водах. Тому радіоактивність, як прісноводних, так і мінералізованих природних вод переважно обумовлена ізоотпом ^{40}K .

В гідрохімії для отримання орієнтованої оцінки ступеню радіоактивного забруднення водного середовища ізоотпом ^{40}K користуються гідрохімічними показниками сумарної концентрації лужних металів $\text{Na}+\text{K}$ в природних водах, величини яких коливаються в межах від 3 до 7, або в середньому дорівнюють 5.

По співвідношенню іонів $\text{Na}+\text{K}$ оцінюють відсоток калію, а в ньому радіоактивну складову ізоотпу ^{40}K .

Кількісне визначення елементу К у природній воді та долю його радіоактивного ізотопу ^{40}K у загальній радіоактивності проб води можливо шляхом повного висадження із відповідних зразків природної води елементарного калію у складі нерозчинного кобальтнітриту калію з подальшим визначенням маси осаду та радіоактивності фільтрату.

Якщо активність фільтрату не перевищує фонові показники, то радіоактивність природних вод практично повністю обумовлена ізотопом ^{40}K . В разі, коли активність фільтрату перевищує фонову складову, то, крім ^{40}K , у природній воді присутні інші радіонукліди, визначення яких можливе методом радіоспектроскопії.

Кількісне визначення ізотопу ^{40}K у досліджуваних пробах проводять шляхом порівняння потрібних зразків з еталонними, де вміст радіоактивної складової відомий.

У роботі ставиться завдання:

1. Визначити радіоактивність природної води.
2. Визначити кількість ^{40}K у природній воді.
3. Визначити кількість елементу К у природній воді.

Обладнання, прилади, реактиви

Обладнання:

- Конічні колби місткістю 200, 500, 1000 мл;
- Мірні стакани місткістю 200, 500 мл;
- Циліндр мірний;
- Лійка фільтровальна;
- Фільтровальний папір.

Прилади:

- Радіометр “Бета”;
- Гама-радіометр РУГ-91 “Адані”;
- Бета-радіометр РУБ-91 “Адані”;
- Шафа сушильна;

- Колонка хроматографічна.

Реактиви:

- Катіоніт;
- Хлорид калію;
- Нітрат калію;
- Хлорид натрію;
- Нітрит натрію;
- Кислота оцтова, 15 %-ий розчин;
- Кобальтонітритний реактив.

Рекомендації щодо виконання роботи

Принцип роботи приладів

Іонізаційний метод. В радіометрі конструкції “Бета” газорозрядний лічильник (детектор) встановлюють у невелику свинцеву камеру, яка зменшує природне випромінювання. Кювету зі зразком розміщують під лічильником (детектором). Прилад оснащений лічильним пристроєм (реєструючий блок). Робочий режим лічильника (термін вимірювання) може бути заданий від 0 до 2000 секунд, що визначається радіоактивністю самих препаратів. Чим більше активність, тим менше треба часу для її визначення.

Сцинтиляційний метод. Підготовлені заздалегідь досліджувані зразки в спеціальних кюветах встановлюються в захисну свинцеву камеру (екран, який зменшує вплив зовнішньої фонової радіації). Світові спалахи, які утворюються у сцинтиляторі, потрапляють на фотоелектронний помножувач, де утворюються електричні імпульси. Блок обробки електричних сигналів радіометра підраховує число імпульсів радіоактивної проби та трансформує їх на табло результатами випромінювань.

Відбір та підготовка проб для аналізу

Всього в лабораторній роботі передбачені радіометричні вимірювання наступних семи проб:

Проба №1 – зразок природної води;

Проба №2 – фільтрат води після обробки зразка природної води кобальтонітритним реагентом;

Проби №3-№7 – еталонні розчини хлориду (нітрату) калію.

Відбір проб води з відкритого водойму проводиться спеціальними водозабірниками. Відібрану пробу зберігають в поліетиленових каністрах. Для запобігання можливої сорбції радіоактивних ізотопів на внутрішніх стінках посуду, пробу підкислюють розчином соляної або азотної кислоти (10 мл кислоти на 1 л води).

Дослідні зразки природної води спочатку піддають попередньому радіометричному аналізу. При отриманні слабоактивних (<10 Бк) результатів аналізу зразків, пробу води відбирають в кількостях до 100 мл, потім радіоактивну складову концентрують різними хімічними та фізико-хімічними препаративними методами. Найбільш ефективним є метод іонного обміну на хроматографічній колонці. Хроматографічну колонку (довжиною ~ 35 см і діаметром ~ 45 см) заповнюють попередньо набухлим катіонітом. Пробу води 50-100 мл пропускають через таку колонку зі швидкістю 6-8 л/год. Далі аналізують на вміст радіонуклідів безпосередньо сам катіоніт, або десорбують його 6 М розчином соляної кислоти (3-4 л), а вже потім солянокислий фільтрат випаровують та аналізують.

При більших активностях природної води радіометрію проводять безпосередньо вимірюванням проб, що досліджуються.

Проба №1. Відбирається з природної водойми. (При малих активностях воду концентрують на хроматографічних колонках).

Проба №2. В стакан з дослідною водою додається оцтова кислота з розрахунку 0.5 мл 15 %-го розчину кислоти на 100 мл води і випарюється до об'єму 50 мл. Після охолодження до розчину додають 2.5 г хлористого натрію і 40 мл кобальтонітритного реагенту. Розчин перемішують, закривають склянку і залишають на 1.5-2 години. Далі розчин фільтрують через щільний фільтровальний папір. Фільтрат аналізують на вміст радіоактивних речовин.

Осад жовтого кольору промивають дистильованою водою, розміщують у тигель, висушують при температурі 90-100 °С і після охолодження зважують.

Для розрахунку кількості калію в осаді користуються емпіричними коефіцієнтами (табл. 11.1), на які помножують отриману масу останнього.

Таблиця 11.1. Емпіричні коефіцієнти для розрахунку кількості калію

Маса осаду, мг	Коефіцієнт	Маса осаду, мг	Коефіцієнт	Маса осаду, мг	Коефіцієнт	Маса осаду, мг	Коефіцієнт
10	0.174	60	0.167	150	0.158	700	0.146
20	0.172	80	0.164	250	0.154	900	0.140
40	0.170	100	0.160	500	0.148	1000	0.138

Проби №3-№7. Це еталонні розчини хлориду (нітрату) калію концентраціями 0.25 г, 1 г, 3г, 5 г, 7 г солі на 50 мл дистильованої води.

Визначивши радіоактивність кожної еталонної проби, будують графік залежності активності проби (імп/с) від концентрації елементу К в зразку (г/л).

Використовуючи калібровочний графік, визначають кількість ^{40}K у природній воді (Проба №1) по ізотопному складу еталонних розчинів води.

Розрахунок на вміст ^{40}K у еталонних розчинах води представлений на прикладі проби №3.

Так наважка хлориду калію (Проба №3) важить 250 мг. Підрахуємо частку калію в даній наважці: у 74.6 мг KCl міститься 39.1 мг ^{39}K , в 250 мг KCl – X мг ^{39}K :

$$X = \frac{39.1 \cdot 250}{74.6} = 131 \text{ мг}$$

Природний калій містить 0.0119 % радіоактивного ^{40}K . Звідси легко визначити частку ^{40}K у взятій наважці: 1 мг природного ^{39}K містить 0.000119 мг ^{40}K , а 131мг природного ^{39}K – у ^{40}K :

$$Y = 0.000119 \cdot 131 = 0.015589 \text{ мг}$$

Аналогічно підраховують частку ^{40}K в пробі природної води.

Методика вимірювання радіоактивності

Спочатку в свинцеву камеру під газорозрядним лічильником розміщують кювету, заповнену дистильованою водою, задають режим роботи радіометра та вмикають лічильник. Через вибраний термін часу знімають показники приладу, вони відповідають загальному фоновому випромінненню. В подальшому кювету заповнюють потрібним препаратом і виконують ті ж самі вимірювання.

Лічбу зразків проводять тричі, результати усереднюють.

Спостереження та оброблення експериментальних результатів

Радіоактивність M (Ки) розраховують за формулою:

$$M = \frac{N - N'}{T \cdot K},$$

де N - число імпульсів зразка;

N' - число імпульсів від фону;

T – термін ведення виміру, сек.;

K – коефіцієнт переводу імпульсів в Кюрі

$$K = 3.85 \cdot 10^7; 1 \text{ Ки} = 3.7 \cdot 10^{10} \text{ Бк}$$

Список рекомендованої літератури

1. Кульский Л. А. Теоретические основы и технология кондиционирования воды. Киев: Наук. думка, 1983. – 560 с.
2. Кульский Л. А., Строкач П. П. Технология очистки природных вод. Киев: Вища школа, 1986. – 352 с.
3. Кульский Л. А. Основы химии и технологии воды. Киев: Наук. думка, 1991. – 568 с.
4. Б. Й. Набиванець, В. В. Сухан, Л. В. Калабіна “Аналітична хімія природного середовища” К.: Либідь, 1996.
5. О. А. Алекин «Основы гидрохимии» Л. Гидромениздат, 1970.
6. Методические указания к лабораторным работам по курсу (теоретические основы водоподготовки и очистке промышленных стоков). – К.: КПИ. –1992. –44 с.

ЗМІСТ

Передмова	4
Лабораторна робота №1	
Визначення основних органолептичних показників води	6
Лабораторна робота №2	
Визначення колірності води	10
Лабораторна робота №3	
Визначення мутності та прозорості води	14
Лабораторна робота №4	
Визначення мінералізації води.....	18
Лабораторна робота №5	
Визначення загальної лужності та кислотності води	22
Лабораторна робота №6	
Визначення твердості води	28
Лабораторна робота №7	
Визначення активної реакції води (рН).....	34
Лабораторна робота №8	
Визначення перманганатної окислюваності.....	40
Лабораторна робота №9	
Визначення агресивності води.....	46
Лабораторна робота №10	
Визначення концентрації вільного та агресивного двоокису вуглецю за номограмами.....	50
Лабораторна робота №11	
Радіохімічний аналіз природних вод	56
Список рекомендованої літератури.....	63

Навчальне видання
“Основи біогеохімії”
Методичні вказівки
до виконання лабораторних робіт
для студентів спеціальності
“Екологія та охорона навколишнього середовища”
Частина 1. “Визначення характеристик якості природних вод”

Укладачі: Шаблій Тетяна Олександрівна
Крисенко Анатолій Дмитрович
Крисенко Тамара Володимирівна
Сербіна Раїса Василівна

Рецензент: В’ячеслав Михайлович Радовенчик
Відповідальний редактор: Микола Дмитрович Гомеля