

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ И НАУКИ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
федеральное государственное автономное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
**«Национальный исследовательский технологический университет
«МИСиС»**

НОВОТРОИЦКИЙ ФИЛИАЛ

Кафедра математики и естествознания

Нефедова Е.В., Белова М.Н.

ЭКОЛОГИЯ

ЛАБОРАТОРНЫЙ ПРАКТИКУМ

по дисциплинам

«Экология», «Экология металлургических процессов»,
«Рациональное природопользование и охрана окружающей среды»

Направления подготовки бакалавров: 22.03.02 «Металлургия»,
15.03.02 «Технологические машины и оборудование»,
18.03.01 «Химическая технология», 13.03.02 «Электроэнергетика и
электротехника», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника»,
38.03.01 «Экономика», 38.03.02 «Менеджмент»

Форма обучения: очная

Новотроицк, 2015

УДК 577.4
ББК 20.1
Н 58

Рецензенты:

*Доцент кафедры математики и естествознания Новотроицкого филиала НИТУ
«МИСИС» кандидат технических наук*

Саблин А.В.

Кандидат сельскохозяйственных наук

Коротыч А.С.

Нефедова, Е.В. Экология: Лабораторный практикум/ Е.В. Нефедова, М.Н.Белова – Новотроицк: НФ НИТУ «МИСиС», 2015. – 87 с.

Лабораторный практикум содержит методику проведения лабораторных работ по дисциплинам «Экология», «Экология металлургических процессов», «Рациональное природопользование и охрана окружающей среды», содержит краткое теоретическое обоснование каждой работы. Практикум содержит лабораторные работы с применением различных методов оценки экологического состояния объектов окружающей среды – начиная от биоиндикации, полевых экспресс-анализов и заканчивая точными фотометрическими измерениями. Углубляются знания студентов по химии и физической химии в разделах: адсорбция и поверхностные явления, цвет и свет. Пособие содержит контрольные вопросы, список литературы, а также обширные приложения с необходимой информацией для проведения работ.

Пособие составлено в соответствии с требованиями ФГОС ВО подготовки бакалавров по направлениям: 22.03.02 «Металлургия», 15.03.02 «Технологические машины и оборудование», 18.03.01 «Химическая технология», 13.03.02 «Электроэнергетика и электротехника», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника», 38.03.01 «Экономика», 38.03.02 «Менеджмент» обучающихся по всем профилям, реализованным в Новотроицком филиале НИТУ «МИСиС».

Рекомендовано Методическим советом НФ НИТУ «МИСиС»

© Новотроицкий филиал
ФГАОУ ВПО «Национальный
исследовательский технологический
университет «МИСиС», 2015

Содержание

Общая информация к проведению практикума.....	4
Лабораторная работа №1 Биологическая индикация природных водоемов...	10
Лабораторная работа № 2 Определение качества воды органолептическими и колориметрическими методами.....	21
Лабораторная работа № 3 Определение жесткости питьевой воды.....	32
Лабораторная работа № 4 Определение содержания железа в воде фотометрическим методом.....	41
Лабораторная работа № 5 Определение загрязненности воды по содержанию в ней азотосодержащих веществ (аммиак, нитриты, нитраты).....	46
Лабораторная работа № 6 Определение дозы активированного угля, необходимого для очистки воды от фенола.....	51
Лабораторная работа № 7 Анализ почв на содержание ионов тяжелых металлов.....	60
Лабораторная работа № 8 Применение полевых методов экспресс-анализа природных вод и почвенной вытяжки.....	66
Список литературы.....	74
Приложение А Фотографии основных видов инфузорий.....	75
Приложение Б Устройство фотометра фотоэлектрического и подготовка его к работе.....	78
Приложение В Калибровочный график концентрации красителя «индиго»...	84
Приложение Г Калибровочный график мутности воды.....	85
Приложение Д Приготовление стандартных растворов.....	86

ОБЩАЯ ИНФОРМАЦИЯ К ПРОВЕДЕНИЮ ПРАКТИКУМА

Общие правила работы

Большинство используемых методов оценки состояния окружающей среды являются химическими, т.к. позволяют определить компоненты химического состава и основаны на использовании химических реакций. Поэтому необходимо усвоить соответствующие теоретические сведения и практически освоить основные операции при проведении анализов. Для этого обычно проводится обучение приемам работы и правилам техники безопасности.

Обучение проводится с использованием растворов модельных реактивов, содержащих в молекуле определяемый компонент (катион, анион, функциональные группы). Для обучения могут использоваться также специально приготовленные модельные растворы с известной концентрацией целевого компонента. Хорошим объектом для обучения является продающаяся в магазинах минеральная вода с известным химическим составом, который приводится, как правило, на этикетке бутылки. Обучение определению отдельных компонентов в воде или модельных растворах проводится только под руководством преподавателя или специалиста.

Используемые при выполнении анализа растворы, реактивы. Посуда и другие составные части комплекта должны быть предварительно осмотрены.

При осмотре проверяют:

- 1) целостность и герметичность упаковки растворов, реактивов;
- 2) отсутствие повреждений мерной посуды, пробирок, контрольных шкал и т.п.;
- 3) соответствие выбранного для использования реактива(раствора) или посуды требованиям методики анализа, т.е. наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде и т.п.

Методики работы с индикаторными средствами, входящими в состав комплекта, приведены в документации на них, а также в руководстве {}.

После проведения анализа мерные склянки и пипетки следует промыть чистой водой, склянки с растворами необходимо герметично закрыть и уложить в места для их хранения.

Меры безопасности при работах

Входящие в состав комплекта реактивы герметично упакованы во флаконы не представляют опасности при хранении. Хотя комплект «ЭХБ» не содержит ядовитых и сильно действующих веществ, при работе с комплектом необходимо руководствоваться основными правилами безопасности, предусмотренными для работ в химической лаборатории. В частности, при работе в лаборатории недопустимо:

1) попадание химикатов и растворов на слизистые оболочки, кожу, одежду;

2) принятие пищи (питья);

3) вдыхание воздуха и химикатов, особенно имеющих резкий запах и находящихся в мелкодисперсном состоянии (образующих пыль).

Необходимо также обращать внимание на герметичность упаковки химикатов (реактивов), на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток, а также при работе со стеклянными изделиями и посудой соблюдать осторожность во избежание порезов.

При проведении экспериментов по моделированию загрязнений воздуха предусмотрено использование концентрированных и разбавленных кислот – серной, соляной, азотной, муравьиной. Могут представлять опасность для здоровья и небольшие количества газов, получаемые в ходе практикума (например, хлора, оксида серы (IV) и др.). Повышенную опасность представляют крепкие и концентрированные минеральные кислоты, а так же муравьиная кислота, обладающие сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т.п. При попадании кислот на кожу необходимо быстро промокнуть раствор любым тампоном (салфеткой, ветошью и т.п.), место попадания обильно промыть струей воды и вымыть с мылом.

Особенно опасны кислоты при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струей воды, затем 2%-ным водным раствором соды и срочно обратиться к врачу-специалисту.

Правила техники безопасности при выполнении экспериментов по приготовлению учебных модельных смесей и их анализу имеют много общего с правилами техники безопасности при выполнении лабораторных опытов и практических работ в химической лаборатории. Поэтому на первых занятиях следует ознакомить студентов с этими правилами (или повторить их). В частности, целесообразно ознакомить студентов с некоторыми знаками безопасности, предписывающими выполнение конкретных требований безопасности, маркирующими опасные вещества, указывающими местонахождение пожарных кранов, огнетушителей, пунктов медицинской помощи и т.п.

Во всех случаях при проведении занятий следует соблюдать общие меры предосторожности, принятые при выполнении химического демонстрационного эксперимента и фронтальных лабораторных работ:

1) эксперимент в целом рассматривается как потенциально опасный. В нем выделяются элементы повышенной опасности (отбор и добавление кислот, отбор газов и паров различной степени токсичности и др.)

2) достаточная удаленность от обучающихся (не менее 2,5 м), без снижения наглядности эксперимента;

3) для демонстрации могут быть предложены только те эксперименты, которые предварительно отработаны самим преподавателем(лаборантом), причем определены наиболее сложные операции и отработаны приемы их выполнения;

4) эксперименты с использованием веществ повышенной опасности (например, крепких и концентрированных минеральные кислот) проводятся студентами при непосредственном участии преподавателя.

Эксперименты, связанные с нагреванием, получением опасных веществ и т.п., следует проводить преподавателю или лаборанту в вытяжном шкафу.

При недостаточной мощности вентиляции (при ее неисправности) эксперименты, учитывая микроколичества выделяющихся газов и паров, можно проводить на демонстрационном учебно-лабораторном столе в хорошо проветриваемом помещении, обращая внимание на соблюдение правил техники безопасности и соблюдение дисциплины в аудитории. При появлении в помещении запаха, свидетельствующего об утечке загрязнителя из камеры, необходимо эксперимент остановить, студентов вывести из помещения, а преподавателю обеспечить проветривание, выявить и ликвидировать причину утечки.

Особенности методов и средств оценки состояния окружающей среды

Состав и свойства образцов воды могут определяться различными методами: визуальным, органолептическим, визуально-колориметрическим, титриметрическим, турбидиметрическим и расчетным. Параметры почвенных вытяжек (водных, солевых) оцениваются путем их анализа с помощью методов, используемых для анализа соответствующих компонентов в воде.

Особенности выполнения анализа органолептическими методами

При выполнении анализа визуальным, органолептическим и турбидиметрическими методами (определение запаха, вкуса, цветности, мутности, концентрации сульфат-анионов) выполняющий анализ должен уметь корректно определять вкус, запах, цвет, степень мутности, используя собственные вкусовые ощущения, обоняние и зрение.

Учитывая субъективный характер оценки, при анализе органолептическими методами целесообразно предложить выполнить анализ также и другому человеку(эксперту). Сопоставив мнения нескольких экспертов по поводу одного и того же образца, можно сделать более обоснованный вывод по результатам анализа.

Особенности выполнения анализа колориметрическими методами

Колориметрическим (от английского colour – цвет) называется метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного изменения потоков видимого света при их прохождении через исследуемый раствор и

раствор сравнения. Определяемый компонент при помощи химического реагента переводится в окрашенное соединение, после чего измеряется интенсивность окраски полученного раствора. При измерении интенсивности окраски проб с помощью фотоколориметра метод называется фотоколориметрическим. Соответственно, при измерении интенсивности окраски визуальным способом (например, оценивая на глаз интенсивность окраски сравнительно с цветным образцом колориметрической шкалы) метод называется визуально-колориметрическим.

Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. При выполнении анализа визуально-колориметрическим методом (рН, железо общее, фторид, нитрат, нитрит, аммоний, сумма катионов металлов) определение проводится в колориметрических пробирках с меткой 5 «мл» либо в склянках с меткой «10мл». В качестве колориметрических пробирок используют обычные пробирки из бесцветного стекла, имеющие внутренний диаметр (12,80,4) мм. Пробирки могут иметь несколько меток («5мл», «10мл»), показывающих объем (и, следовательно, высоту), до которого следует наполнить пробирку анализируемым раствором (пробой), чтобы обеспечить подходящие условия для визуального колориметрирования. Обычно пробирки собираются подобрать одинаковой формы и диаметра, т.к. от этого зависит высота слоя окрашенного раствора. Аналогично подбираются и склянки для колориметрирования (обычно это аптекарские флаконы диаметром до 25 мм). Визуальное колориметрирование проводят как в вертикальном слое жидкости (глядя сверху через слой раствора), так и в проходящем свете. Способ визуального колориметрирования указывается в методике анализа и на цветной шкале.

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окрашенные соединения иногда оказываются малоустойчивы, поэтому при описании приготовления растворов приводят и сроки их хранения.

Для упрощения визуального колориметрирования при анализах окраску раствора-пробы можно сравнивать не с эталонными растворами, а с печатной контрольной шкалой, на которой образцы воспроизводят окраску (цвет и интенсивность) модельных эталонных растворов, приготовленных с соблюдением заданных значений концентрации целевого компонента.

За результат анализа при визуальном колориметрировании принимают то значение концентрации компонента, которое имеет ближайший по окраске образец контрольной шкалы либо модельного эталонного раствора.

Колориметрический метод анализа используется в тест-комплектах и тест-системах. При использовании тест-комплектов производства ЗАО «Крисмас+» определение концентрации компонента может проводиться как способом визуального колориметрирования по контрольной цветной шкале, так и с помощью фотоэлектроколориметра (полевого или лабораторного).

Тест-системы являются наиболее простыми и дешевыми аналитическими средствами. Как правило, в тест-системах ЗАО «Крисмас+» использован именно колориметрический метод. Принцип действия тест-систем для контроля воды и водных растворов основан на впитывании раствора, содержащего

анализируемый компонент, гидрофильной основой теста. Основа тест-системы (тест-полоска) помещена, как правило, между тонкими прозрачными полимерными пленками, что обеспечивает точную дозировку тестируемого раствора(впитывается строго необходимое количество раствора, после чего наступает насыщение и впитывание прекращается). Попавший таким образом на тест-полоску анализируемый компонент химически реагирует с находящимся на ней же аналитическим реагентом с образованием окрашенных соединений. Возникающий индикационный эффект наблюдается визуально на тест-полоске («Активный хлор-тест», «Хромат-тест») или через прозрачную пленку (остальные тест-системы ЗАО «Крисмас+»). При этом цвет и интенсивность окраски являются мерой концентрации компонента в тестируемом растворе. Определение с помощью тест-систем носит качественный либо полуколичественный характер, а сами тест-системы являются средствами сигнального контроля. Тест-системы позволяют оценивать также качество продуктов питания – овощей, фруктов, соков (нитрат-тест). Загрязненность(химический состав) почвы может оцениваться с помощью тест-систем путем тестирования предварительно приготовленной почвенной вытяжки(водной, солевой). Тест-системы применяются и для анализа воздуха.

Особенности выполнения анализа титриметрическим методом

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объема раствора одного или двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причем концентрация одного из них должна быть точно известна. Раствор, концентрация вещества в котором точно известна, называется титрантом, или титрованным раствором. При анализе чаще всего титрант помещают в измерительный сосуд и осторожно, малыми порциями, дозируя его, приливая к исследуемому раствору до тех пор, пока не будет установлено окончание реакции. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции происходит стехиометрическое взаимодействие титранта с анализируемым веществом, и достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество молей титранта точно равно и химически эквивалентно количеству молей определяемого компонента. Точку эквивалентности определяют, вводя в раствор подходящий индикатор и наблюдая за изменением его окраски либо контролируя какой-либо параметр раствора. В точке эквивалентности титрование обычно заканчивают, хотя «для уверенности» к раствору иногда добавляют еще несколько капель титранта. По этой причине точка окончания титрования иногда не совпадает с точкой эквивалентности.

При выполнении анализа титриметрическим методом (карбонат, гидрокарбонат, хлорид, кальций, общая жесткость) определение проводят в склянках или пробирках вместимостью 15-20мл, имеющих метку 10 мл. В процессе титрования раствор перемешивают стеклянной палочкой либо встряхиванием.

При анализе маломинерализованных вод целесообразно применять титрованные растворы с пониженной концентрацией (0,02-0,03 моль/л), которые могут быть получены соответствующим разбавлением более концентрированных титрованных растворов дистиллированной водой. Вместо дистиллированной воды(при ее отсутствии) можно использовать для разбавления паровой конденсат либо чистую кипяченую воду.

Для удобства работы с пробирками их можно устанавливать в отверстия мутномера либо располагать в штативах.

Требуемые объемы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, мерных пипеток или более простых дозирующих устройств: шприцев, калиброванных капельниц и др. Наиболее удобны для титрования бюретки с краном.

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют с резиновой грушей, используя соединительную резиновую трубку.

!!! Запрещается заполнение пипеток растворами путем их всасывания ртом.

Еще удобнее работать с мерными пипетками, устанавливая их в штативе вместе с медицинским шприцем, герметично соединенным с пипеткой гибкой трубкой – резиновой, силиконовой и т.п.

Следует иметь в виду, что измерение объема раствора в бюретках, мерных пробирках, мерных колбах проводится по нижнему краю поверхности мениска жидкости(в случае водных растворов он всегда вогнут).

При этом глаз наблюдателя должен быть на уровне метки. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо знать также, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре 20⁰С, поэтому, для получения точных результатов измерения объемов, при использовании пипеток, бюреток и капельниц, температура растворов должна быть близка к комнатной. При использовании мерных колб температура раствора должна быть, по возможности, близка к 20⁰С во избежание заметных ошибок в измерении объема за счет теплового расширения или сжатия раствора (становится значимым при отклонениях температуры от 20⁰С более чем на 2-3 ⁰С).

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 1

Тема: Биологическая индикация природных водоемов

Цель работы: познакомиться с методикой биотестирования водоемов, выявить комплексы инфузорий, определяющие степень сапробности водоема.

1.1 Теоретические сведения

Биологический метод оценки степени загрязнения природных вод был разработан в 1902 г. немецкими исследователями Кольквитцем (ботаник) и Марссоном (зоолог) (Основы экогеологии, 2004).

У них были предшественники, которые указывали на приуроченность определенных организмов к загрязненным водам, но стройную систему предложили именно эти два автора, проделавшие огромную предварительную работу. Они исследовали свыше 800 различных водоемов: от чистых высокогорных озер до сточных коллекторов – и разделили их на три категории или ступени, в соответствии с процессами, протекающими в водоеме при естественном самоочищении.

- Сильно загрязненные воды с резким преобладанием восстановительных процессов – *полисапробная зона* (гр. poly много, sapros гнилой).

- Воды, в которых восстановительные процессы прекратились и начались окислительные, с постепенным преобладанием последних – *мезосапробная зона* (гр. mesos средний).

- Воды, в которых наблюдается полное окисление поступавшего органического вещества – *олигосапробная зона* (гр. oligos незначительный).

Позднее мезосапробную зону разделили на две:

- а-мезосапробную, более загрязненную, близкую к полисапробной,
- β-мезосапробную, приближающуюся к олигосапробной.

Затем была введена еще *катаробная зона* (гр. katharos чистый), под которой подразумевалась абсолютно чистая вода, не содержащая органических веществ.

Таким образом, была создана *система из 5 зон или степеней сапробности, характеризующая процесс самоочищения от крайней степени загрязнения до постепенно возрастающей чистоты воды.*

В каждой из зон сапробности развивается присущий ей комплекс животных и растительных организмов, способных существовать в данных условиях, которые и были названы авторами этой системы *сапробными организмами* или *сапробионтами*.

Таким образом, по составу и количеству сапробионтов можно установить степень загрязнения того участка водоема, в котором они обитают.

Кольквитц и Марссон на основании своих исследований составили списки показательных организмов для каждой из зон сапробности, выделив около 1000

организмов-индикаторов. Они же одновременно являются и активными агентами самоочищения вод.

Эта система является экологической, так как рассматривает флору и фауну водоемов в тесной связи с условиями окружающей среды.

Поступающие в водоем загрязнения в результате самоочистительной способности водоемов постепенно разбавляются и разрушаются. Деструкция загрязнений протекает постепенно и в связи с этим постепенно восстанавливаются в водоеме условия, которые были в нем до поступления сточных вод. Процесс этот весьма длительный, и зона загрязнения в реке может захватывать десятки и сотни километров. Размер зоны зависит от соотношения объема сточных и речных вод, концентрации и качества загрязняющих веществ, скорости течения и других причин.

В зависимости от того, насколько сильно загрязнен водоем и насколько в нем прошли процессы самоочищения, водоемы и их отдельные участки подразделяются на зоны (таблица 1.1).

Таблица 1.1 - Уровни сапробности и трофности вод

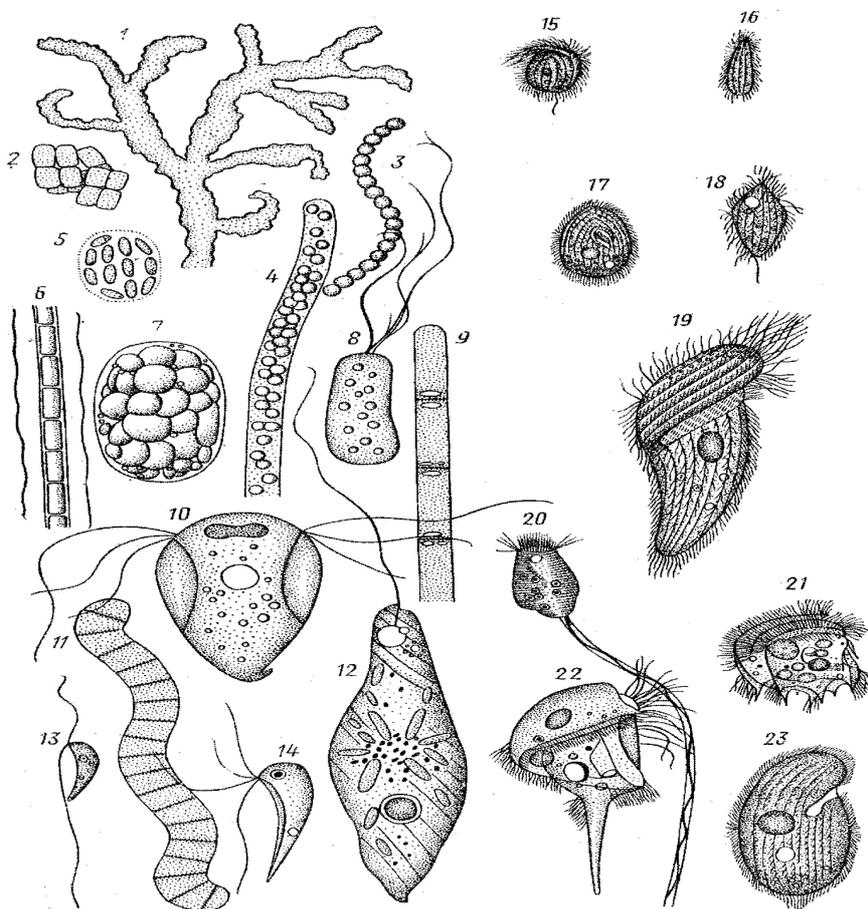
Уровень сапробности	Степень трофности	Ведущие организмы из числа инфузорий
Полисапробный: очень сильное органическое загрязнение, мало кислорода, много бактерий; видовой состав беден, численность особей высокая	Политрофная: очень большой избыток питательных веществ (гниющие воды)	<i>Caenomorpha, Colpidium, Epalxella, Lacrymaria, Metopus, Vorticella</i>
α-мезосапробный: значительное органическое загрязнение, мало кислорода, видовой состав богат, численность особей высокая	Эвтрофная: много питательных веществ, много фотосинтезирующих протистов	<i>Carchesium, Chilodonella, Paramecium, Urocentrum</i>
β-мезосапробный: слабое органическое загрязнение, много кислорода; видовой состав богат		<i>Euplotes, Halteria, Spirostomum, Stentor</i>
Олигосапробный: чистая, богатая кислородом вода; видовой состав беден, численность особей низкая	Олиготрофная: мало питательных веществ	<i>Dileptus, Strobilidium, Thuricola</i>

При загрязнении водоема в нем изменяются физико-химические условия. При этом одни формы гидробионтов погибают, другие получают преимущества для свободного развития, и в результате происходит смена биоценоза на загрязненном участке. Многие гидробионты способны развиваться только в воде определенного качества, и поэтому обнаруживают четко выраженную приспособленность к определенным зонам загрязнения.

Полисапробная зона (p) характеризуется большим содержанием нестойких органических веществ и наличием продуктов их анаэробного

распада. В воде в избытке присутствуют белковые вещества. БПК (биологическое потребление кислорода) составляет десятки миллиграммов на литр. Фотосинтез отсутствует. Кислород может поступать в воду только за счет атмосферной реэрации, и так как он полностью потребляется на окисление в поверхностных слоях, то в воде он практически не обнаруживается. Вода содержит метан и сероводород.

Для этой зоны характерно наличие большого числа сапрофитной микрофлоры, представленной сотнями тысяч и даже миллионами клеток в 1 мл. В донных отложениях кислород отсутствует, содержится много органического детрита, протекают восстановительные процессы, железо находится в форме FeS. Ил имеет черную окраску с запахом сероводорода. В этой зоне в массе развиваются растительные организмы с гетеротрофным типом питания: сапрофитные бактерии, нитчатые бактерии, серные бактерии, из простейших – инфузории, бесцветные жгутиковые (рисунок 1.1).

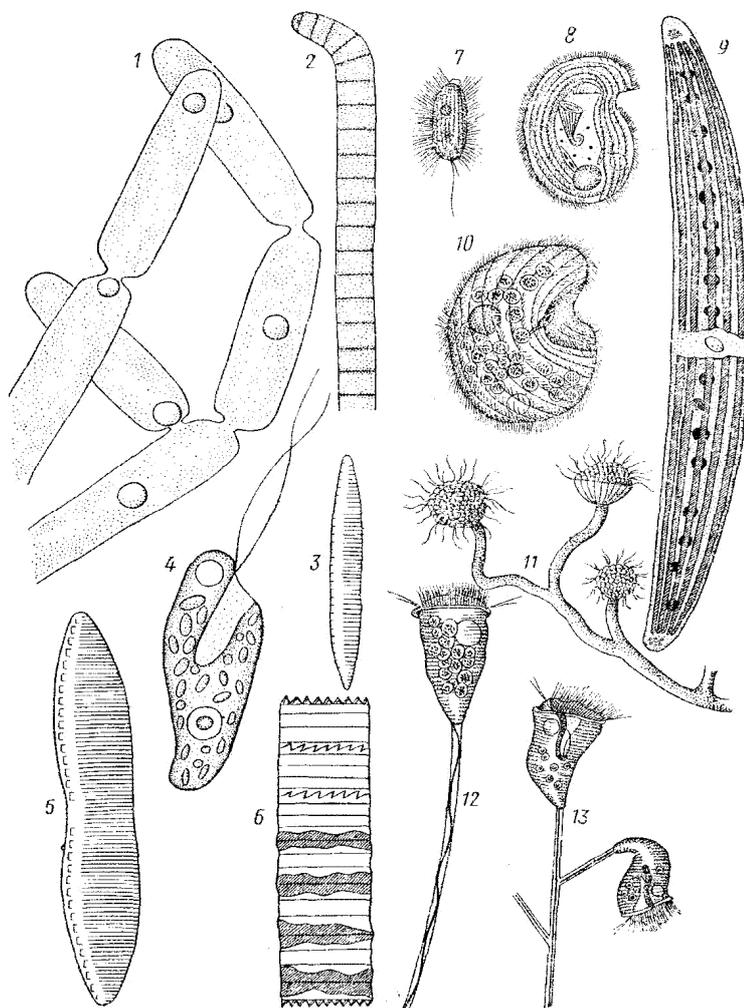


1–11 – нитчатые бактерии; 12–14 – жгутиконосцы; 15–23 – инфузории
Рисунок 1.1 - Организмы полисапробной зоны

Альфа-мезосапробная зона (a – m). В этой зоне начинается аэробный распад органических веществ с образованием аммиака, содержится много свободной углекислоты, кислород присутствует в малых количествах. Метан и сероводород отсутствуют. Количество загрязнения, определяемого по БПК, все

еще очень велико: десятки миллиграммов на литр. Количество сапрофитных бактерий составляет десятки и сотни тысяч в 1 мл.

В воде и донных отложениях протекают окислительно-восстановительные процессы; железо трехвалентное и двухвалентное, ил сероватой окраски. В *a – m* зоне развиваются организмы, обладающие большой выносливостью к недостатку кислорода и большому содержанию углекислоты. Преобладают растительные организмы с гетеротрофным и миксотрофным питанием. Отдельные организмы имеют массовое развитие. Обильно развиваются нитчатые бактерии, грибы, водоросли. Из животных организмов обильны обрастания сидячими инфузориями (*Carchesium*), встречаются колоставки, много окрашенных и бесцветных жгутиковых (рисунок 1.2).



1–3 – бактерии; 4 – одноклеточная водоросль; 5–6 – многоклеточные водоросли;
7–13 – инфузории

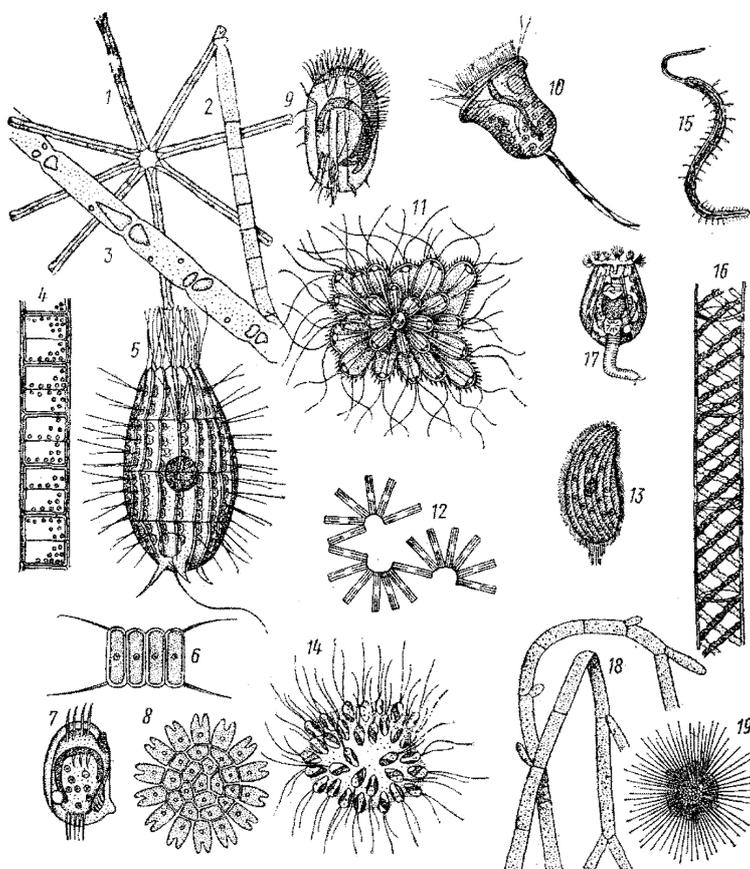
Рисунок 1.2 - Альфа-мезосапробные организмы

Бета-мезосапробная зона ($\beta - m$) отмечается в водоемах, почти освободившихся от нестойких органических веществ, распад которых дошел до образования окисленных продуктов (полная минерализация).

Количество сапрофитных бактерий составляет тысячи клеток в 1 мл и резко увеличивается в период отмирания водной растительности. Концентрация кислорода и углекислоты сильно колеблется в течение суток, в дневные часы содержание кислорода в воде доходит до пресыщения, и углекислота может полностью исчезать. В ночные часы наблюдается дефицит кислорода в воде.

В иле много органического детрита, интенсивно протекают окислительные процессы, ил желтой окраски.

В этой зоне большое разнообразие животных и растительных организмов. В массе развиваются растительные организмы с автотрофным питанием, наблюдается цветение воды многими представителями фитопланктона. В обрастаниях обычны зеленые нитчатки и эпифитные диатомеи; в иле – черви, личинки хирономид, моллюски (рисунок 1.3).



1–3 – нитчатые бактерии; 4 – зеленые водоросли; 5–6 – водоросли;
7–8 – жгутиковые; 9–10 – инфузории; 11–12 – водоросли; 15 – кольчатые черви;
18–19 – грибы

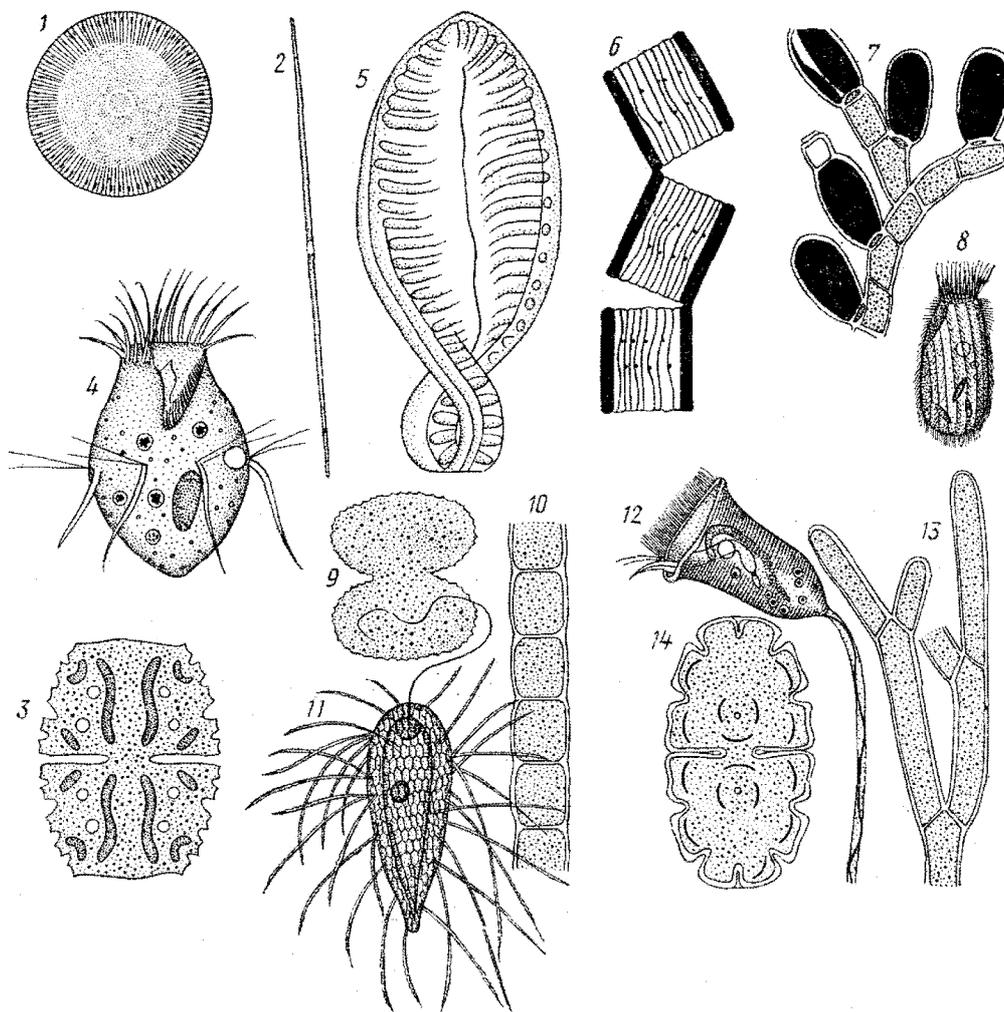
Рисунок 1.3 - Бета-мезосапробные организмы

Олигосапробная зона (o) характеризует практически чистые водоемы с незначительным содержанием нестойких органических веществ и небольшим количеством продуктов их минерализации.

Содержание кислорода и углекислоты не претерпевает заметных колебаний в дневные и ночные часы суток. Цветение водорослей, как правило, не наблюдается. В донных отложениях содержится мало органического детрита,

автотрофных микроорганизмов и бентосных животных (червей, личинок хирономид и моллюсков).

Показателями большой чистоты воды в этой зоне являются некоторые красные водоросли и водные мхи (рисунок 1.4).



1, 2, 3, 6, 10, 13, 14 – водоросли; 4, 8, 12 – инфузории;
7 – кишечноротовые; 11 – личинка

Рисунок 1.4 - Олигосапробные организмы

По мере развития процесса биологического самоочищения возрастает видовое разнообразие, но численность каждого отдельного вида уменьшается:

- в олигосапробной зоне разнообразие видов достигает максимума, зато численность отдельных видов невелика.
- для полисапробной зоны характерны небольшое число видов и очень высокая численность каждого отдельного вида.

Система сапробных организмов полностью отвечает экологическому принципу Тинеманна: «Чем больше условия существования данного местообитания отличаются от оптимальных для большинства видов, тем беднее по видовому разнообразию становится биоценоз и тем характернее и многочисленнее – каждый отдельный вид» (Основы экогеологии, 2004).

Система Кольквитца и Марссона сразу получила широкое распространение и была использована для оценки санитарного состояния водоемов, особенно в Европе и России. В нашей стране создалась школа санитарных гидробиологов (Я.Я. Никитинский, Г. И. Долгов, С. Н. Строганов, С. М. Вислоух и др.), успешно применявших и развивавших **систему санитарно-биологического анализа**, т.е. состояние водоема определялось на основе животных и растительных организмов.

Кольквитц и Марссон подчеркивали, что основное значение следует придавать не отдельным видам, а биоценозам, т. е. сообществу показательных организмов.

Очень чистые водоемы практически не несут следов воздействия человека. В России к таким водоемам могут быть отнесены многие озера и реки Сибири, севера Дальнего Востока, а на европейской территории – Ладожское и Онежское озера, Рыбинское водохранилище, некоторые северные реки. В этих водоемах насыщение воды кислородом достигает 95 %, БПК не превышает 1 мг/л, а взвешенные вещества – 3 мг/л. Вода в очень чистых водоемах пригодна для всех видов водопользования.

Водоемы, относимые к категории *чистых*, по химическим показателям почти не отличаются от очень чистых, но следы влияния деятельности человека проявляются, прежде всего, в увеличении количества сапрофитной микрофлоры в воде. Воды водоемов второго класса также пригодны для всех видов водопользования.

Умеренно загрязненные воды характеризуются повышенным содержанием органических веществ, ионов хлора и солей аммония. Они несут в себе признаки загрязнения поверхностным стоком и бытовыми водами. Умеренно загрязненные воды после соответствующей очистки пригодны для хозяйственно-питьевого использования, разведения некоторых видов рыб и для прочих видов водопользования.

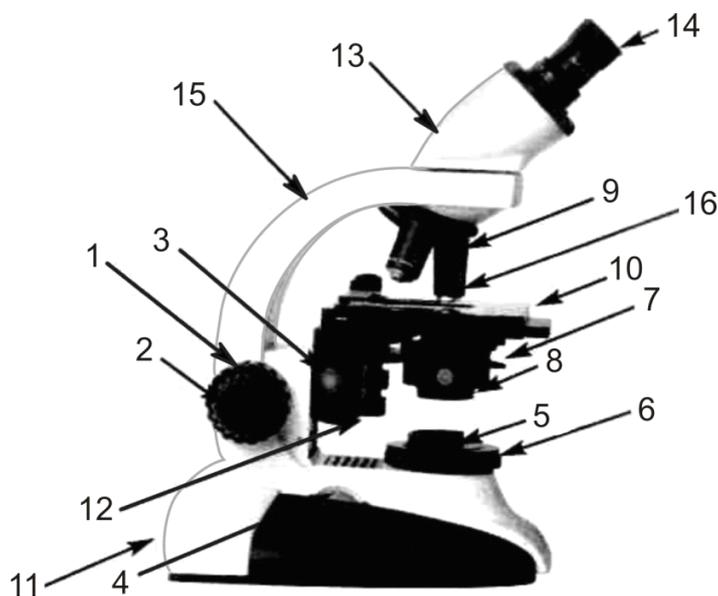
К категории *загрязненных* отнесены реки и озера, природные свойства которых значительно изменены в результате поступления в них сточных вод. В зимний период при образовании ледяного покрова на загрязненных участках водоема могут создаваться анаэробные условия. Загрязненные воды не пригодны для питьевого, хозяйственно – бытового и спортивного назначения, а также для рыбоводства. Они могут быть использованы, да и то с ограничениями, в некоторых производственных процессах, для орошения и судоходства. В странах Западной Европы, при остром дефиците воды, загрязненные воды используют для хозяйственно-питьевого назначения, применяя при этом сложные способы очистки.

В *грязных и очень грязных водоемах* природные свойства воды сильно изменены. В летний период вода этих водоемов издает неприятные запахи. Повышенное содержание агрессивной углекислоты и сернистых соединений в воде грязных водоемов оказывает вредное воздействие на обшивку судов и портовые сооружения, вследствие чего эти водоемы ограниченно пригодны для судоходства. Для орошения воды грязных водоемов могут быть использованы с ограничениями, не под все культуры.

Для оценки степени загрязнения водоема необходимо пользоваться средними данными, собранными в период наиболее критического состояния водоема. Например, наименьшая концентрация растворенного кислорода наблюдается летом или в период ледостава, температура наиболее высокая – летом. По многим показателям наиболее неблагоприятные условия создаются зимой. Показатели в этот период и принимаются за основу при оценке степени загрязненности водоема.

Устройство микроскопа

Изучите устройство микроскопа и порядок работы с ним (рисунок 1.5).



1 – устройство наведения на резкость, грубая фокусировка; 2 – устройство наведения на резкость, точная фокусировка; 3 – винт изменения высоты положения конденсора; 4 – регулятор яркости освещения; 5 – полевая диафрагма; 6 – осветитель; 7 – апертурная диафрагма; 8 – конденсор Аббе; 9 – револьвер с объективами; 10 – предметный столик с препаратом; 11 – кнопка включения/выключения; 12 – ручка перемещения предметного столика; 13 – тубус; 14 – окуляры; 15 – штатив; 16 – объектив

Рисунок 1.5 - Внешний вид микроскопа

Порядок работы с микроскопом

1. Установите микроскоп предметным столиком к себе.
2. Включите питание кнопкой включения 11 и установите комфортную интенсивность освещения, медленно поворачивая регулятор яркости освещения 4.
3. Опустите предметный столик 10, пользуясь винтом грубой фокусировки 1 и винтом точной фокусировки 2 наведите резкость на препарат.

4. Раздвиньте окуляры *14* в стороны до упора. Посмотрите в них и, передвигая, установите на нужном расстоянии для Ваших глаз, чтобы Вы могли видеть одно ясное изображение для обоих глаз (это будет вашим персональным расстоянием между зрачками), запомните это расстояние, указанное на шкале визуальной насадки.

5. Глядя в микроскоп, закройте полевую диафрагму *5*, вращая наружный рифленый лимб по часовой стрелке.

6. Пользуясь винтом настройки высоты конденсора *3*, переведите его в положение, при котором в поле зрения резко наблюдаются края полевой диафрагмы (правильный многоугольник). Зафиксируйте выбранное положение конденсора, закрутив до упора винт конденсора.

7. Отцентрируйте изображение диафрагмы осветителя. Лучше это выполнять, работая двумя руками, смещая диафрагму в направлении к центру *5*. После завершения операции центрирования, полностью откройте полевую диафрагму. При переходе к другим объективам возможно проведение дофокусировки с помощью винта точной фокусировки *2* и настройки яркости освещения *4*.

8. Положите на предметный столик приготовленный препарат покровным стеклом вверх, чтобы объект находился в центре отверстия предметного столика.

9. Затем под контролем зрения медленно опустите тубус *13* с помощью винта грубой фокусировки *1* пока в поле зрения не появится изображение объекта исследования.

10. Для того, чтобы перейти к рассмотрению объекта при большом увеличении микроскопа необходимо вначале отцентрировать препарат, т. е. поместить объект в самый центр поля зрения с помощью винтов препаратопроводителя *10*. Если объект не будет центрирован, то при большом увеличении он останется вне поля зрения.

11. Вращая револьвер, приведите в рабочее положение объектив большого увеличения *16*.

12. Для тонкой фокусировки используйте винт точной фокусировки *2*.

13. Зарисуйте объект исследования.

Запомните, что изучение любого объекта надо начинать с малого увеличения!

Следует помнить, что при работе с микроскопом необходимо соблюдать осторожность. Нельзя без необходимости вынимать окуляры, крутить винты, особенно точной доводки. Протирать окуляры следует только мягкой тряпочкой, специально приготовленной для этой цели.

Методика приготовления временного препарата

1. Возьмите предметное стекло, держа его за боковые грани, и положите на стол.

2. Глазной пипеткой возьмите небольшое количество анализируемой воды из природного водоема. Поместите каплю воды в центр предметного стекла.

3. Для замедления движения простейших необходимо в каплю воды добавить каплю раствора желатина.

4. Для выявления структур клетки необходимо в каплю воды добавить каплю раствора эозина.

5. После этого возьмите покровное стекло (обязательно за боковые грани, иначе оставите отпечатки пальцев на поверхности стекла) и опустите одну из боковых граней покровного стекла к краю анализируемой капли, так чтобы капля растеклась вдоль бокового края.

6. Затем медленно опустить покровное стекло на каплю воды.

7. Поместите препарат на предметный столик микроскопа и начните работу.

Правила оформления лабораторной работы

Необходимым элементом микроскопического изучения объекта является его зарисовка. Цель зарисовки – лучше понять и закрепить в памяти строение объекта, форму отдельных структур, их взаимное расположение.

Рисование на занятиях по экологии не самоцель, а метод изучения объекта, при зарисовке следует придерживаться ряда правил.

1. Рисовать можно только на одной стороне листа, так как рисунки, сделанные на обеих сторонах, накладываются друг на друга и со временем портятся.

2. Рисунок должен быть крупным, детали рисунка хорошо различимы. На одной странице не должно быть более 3–4 рисунков.

3. Главное требование к рисунку – правильное отображение формы, соотношения объема и размеров (длина, ширина и др.) отдельных частей и целого. Чтобы легче добиться этого, сначала нарисуйте общий контур объекта (крупно), затем внутри контура слегка наметьте контуры остальных деталей и после этого вырисовывайте их четко.

4. Правильное отражение соотношения размеров изучаемого объекта позволит выполнить и второе требование – показать индивидуальные особенности объекта, т. е. зарисовать не абстрактную, а конкретную клетку.

5. Вокруг рисунка не нужно рисовать контуров поля зрения микроскопа.

6. К каждому рисунку обязательно должны быть сделаны обозначения его отдельных частей. Обозначения можно делать двумя способами:

а) к отдельным частям объекта ставят стрелочки и против каждой пишут название. Все надписи должны быть расположены параллельно друг другу;

б) к отдельным частям объекта ставят стрелочки и против каждой пишут определенную цифру, затем сбоку от рисунка или под ним столбиком по вертикали пишут цифры, а против цифр – название.

7. Если работа выполнена правильно, в конце занятия ее подписывает преподаватель. Если работа не соответствует предъявляемым требованиям, ее необходимо переделать.

1.2 Экспериментальная часть

Задание: провести сравнительный анализ проб воды, взятой из разных природных водоемов. Выявить доминирующие виды простейших. Сделать заключение об антропогенных факторах, определяющих качество воды.

Материалы и оборудование: предметные стекла, покровные стекла, пипетки, бюксы с образцами воды из водоемов, 0,1 % раствор желатина, вата, микроскоп Leica GME.

Ход работы:

1. На предметное стекло нанести каплю воды, взятую из природного водоема

2. Для замедления движения простейших в каплю воды добавить небольшую каплю раствора желатина и накрыть покровным стеклом.

3. Поместить препарат на предметный столик микроскопа, используя винты предметного столика постепенно перемещать препарат и регистрировать виды простейших.

4. Определение видов производить по описаниям инфузорий (с. 6–8), фотографиям (приложение А), а также использовать монографию «Почвенные простейшие среднего Приамурья».

5. Провести микроскопирование проб воды из разных природных водоемов, подверженных в различной степени антропогенному воздействию.

6. Заполнить таблицу 1.2.

Таблица 1.2 - Сапробность природных водоемов по видовому составу инфузорий

Природный водоем	Равноресничные инфузории		Кругоресничные инфузории		Спиральноресничные инфузории		Зона сапробности
	виды	числен.	виды	числен.	виды	числен.	
1.	1. 2. 3. и др.						

Форма отчетности: представить тетрадь с описанием индикаторных организмов, заполненной таблицей 2 и заключением о степени сапробности водоема для каждого образца.

1.3 Контрольные вопросы

1. Что понимают под биоиндикацией водоемов? Какие виды растений и животных можно считать биоиндикаторами?
2. Характеристика олигосапробных водоемов.
3. Характеристики полисапробных водоемов:
4. В чем сходство и различие биологических процессов в альфа-мезосапробных и бета-мезосапробных водоемах.
5. Назовите самые загрязненные и самые чистые природные водоемы Оренбургской области, Восточного Оренбуржья.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №2

Тема: Определение качества воды органолептическим и колориметрическим методами

Цель работы - ознакомление с органолептическим методом определения вкуса, запаха и мутности воды, колориметрическим методом определения цветности воды и проведение оценки качества воды по приведенным показателям.

2.1 Теоретические сведения

Питьевые воды получают из поверхностных и подземных вод.

Воды, пригодные по своему качеству для хозяйственно-питьевого водоснабжения, объединяют в понятие “питьевая вода”. В понятие “питьевая вода” входит несколько видов вод: водопроводная, межпластовая напорная и безнапорная, колодезная. Исходя из основных требований, предъявляемых к качеству питьевой воды, параметры качества воды делят на три группы: показатели, характеризующие органолептические свойства, показатели, характеризующие химический состав и эпидемиологическую безопасность.

ВОДА ПИТЬЕВАЯ - вода, качество которой пригодно для питья по ГОСТ 2874-82.

ВОДА МЕЖПЛАСТОВАЯ - подземные воды, залегающие между водоупорными породами.

ВОДА БЕЗНАПОРНАЯ ПОДЗЕМНАЯ - подземные воды, имеющие свободную поверхность, давление на которой равно атмосферному.

ВОДА НАПОРНАЯ - подземные воды, поверхность которых находится под давлением выше атмосферного.

ВОДА АРТЕЗИАНСКАЯ - напорные подземные воды, самоизливающиеся при вскрытии.

СТАНДАРТНЫЙ РАСТВОР - раствор, содержащий в единице объема определенное количество вещества или его химико-аналитического эквивалента. ГОСТ 12.1.016-79.

ИССЛЕДУЕМЫЙ РАСТВОР - раствор, в котором необходимо определить содержание исследуемого вещества или его химико-аналитического эквивалента, ГОСТ 12.1.016-79.

ГРАДУИРОВОЧНЫЙ ГРАФИК (в данной работе) - графическое выражение зависимости оптической плотности сигнала от концентрации исследуемого вещества, ГОСТ 12.1.016 - 79.

КОЛОРИМЕТРИЯ - метод измерения и количественного выражения цвета. Колориметрический метод анализа основан на способности окрашенных растворов поглощать свет в диапазоне длин волн от ультрафиолетового до инфракрасного. Степень поглощения зависит от свойств вещества и его концентрации.

Органолептические показатели воды

Показатели, обеспечивающие благоприятные органолептические свойства воды (вкус, запах, мутность и цвет), включают нормативы для веществ:

- 0) встречающихся в природных водах;
- 1) добавляемых к воде в процессе обработки в виде реагентов;
- 2) появляющихся в результате промышленного, сельскохозяйственного и бытового загрязнений источников водоснабжения.

Концентрации химических веществ, влияющих на органолептические свойства воды, встречающихся в природных водах или добавляемых к воде в процессе ее обработки, не должны превышать нормативов, указанных в таблице 2.1.

Запах. Для определения качества воды по запаху берут образец исследуемой воды, пробуют его (нюхают) и сравнивают свои ощущения с качественным описанием, приведенным в таблице 2.2. После чего присваивают образцу количество баллов соответствующее качественному описанию. Вода, интенсивность запаха которой не превышает 2 баллов, называется водой без запаха.

Гигиеническое значение запахов воды состоит в том, что:

- при интенсивности свыше 2 баллов ограничивается водопотребление;
- запахи и привкусы указывают на загрязнение промстоками;
- естественные запахи выше 2 баллов свидетельствуют о биологическом загрязнении выделениями сине-зеленых водорослей.

Вкусы и привкусы. Вода, привкусы которой не превышают 2 баллов по шкале ГОСТ 2874-82, называется водой без привкуса.

Определение вкуса производится в заведомо безопасной воде при 20С и 60С.

Воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая.

Отмечают наличие вкуса (солёный, горький, кислый, сладкий) и привкуса (щелочной, железистый, металлический, вяжущий и т.д.) и их интенсивность в баллах по шкале ГОСТа аналогично определению интенсивности запаха.

Гигиеническое значение вкуса и привкусов воды такое же, как и у запаха: они служат индикатором загрязнения.

Мутность. Это природное свойство воды, обусловленное наличием в ней взвешенных частиц минерального или органического происхождения. Определяют мутность по ГОСТ 3351 - 74.

Гигиеническое значение мутности: при прозрачности столба воды менее 300 мм ограничивается водопотребление, уменьшение прозрачности природных вод свидетельствует об их загрязнении. Прозрачность воды контролирует процесс осветления в очистных сооружениях.

Таблица 2.1 - Методы анализа природных и питьевых вод на содержание различных веществ

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания
Водородный показатель, рН	6,0-9,0	Измеряется на рН-метре любой модели со стеклянным электродом с погрешностью измерений не превышающий 0,1 рН
Железо(Fe^{2+}), мг/дм ³ , не более	0,3	По ГОСТ 4011-72
Жесткость общая, моль/м ³ , не более	7,0	По ГОСТ 4151-72
Марганец (Mn^{2+}), мг/дм ³ , не более	0,1	По ГОСТ 4974-72
Медь (Cu^{2+}), мг/дм ³ , не более	1,0	По ГОСТ 4388-72
Полифосфаты остаточные (PO^{3-}), мг/дм ³ , не более	3,5	По ГОСТ 18309-72
Сульфаты (SO^{2-}), мг/дм ³ , не более	500	По ГОСТ 4389-72
Сухой остаток, мг/дм ³ , не более	1000	По ГОСТ 18164-72
Хлориды (Cl), мг/дм ³ , не более	350	По ГОСТ 4245-72
Цинк (Zn^{2+}), мг/дм ³ , не более	5,0	По ГОСТ 18293-72

Таблица 2.2 - Характер запаха природных и питьевых вод

Символ	Характер запаха	Примерный род запаха
А	Ароматический	Огуречный, цветочный
Б	Болотный	Илистый, тинистый
Г	Гнилостный	Фекальный, сточный
Д	Древесный	Мокрой щепы, древесной коры
З	Землистый	Свежевспаханной земли, прелый, глинистый
П	Плесневой	Затхлый, застойный
Р	Рыбный	Рыбьего жира, рыбы
С	Сероводородный	Тухлых яиц
Т	Травянистый	Скошенной травы, сена
Н	Неопределенный	Естественного происхождения, но не подходящий под предыдущие определения

Цветность. Это природное качество обусловлено наличием в воде как взвешенных, так и растворенных гуминовых веществ, придающих воде цвет от желтоватого до коричневого.

Гуминовые вещества, продукт разрушения органических веществ в почве, поступают в воды открытых водоемов с грунтовыми водами и атмосферными осадками, поэтому цветность увеличивается во время ливней и паводков.

Цветность питьевой воды не должна превышать 20 градусов, что соответствует определению “практически бесцветная”.

Безукоризненные по своему качеству воды глубоких подземных источников имеют цветность ниже 5 градусов и литературный эпитет “хрустальных”.

Гигиеническое значение цветности состоит в том, что:

- при цветности выше 35 градусов ограничивается водопотребление;
- большие значения цветности говорят о загрязнении источника;
- цветность - показатель эффективности осветления водопроводной воды.

Цветность растворов и природных вод определяется как визуально (органолептически) так и при помощи фотометра – колориметрически. При колориметрическом методе анализа исследуемое вещество входит в состав раствора, поглощающего свет, и количество растворенного вещества определится по световому потоку, прошедшему через раствор

$$J_{изл} = J_{погл} + J_{проп}, \quad (2.1)$$

где $J_{изл}$ - мощность излученного светового пучка;

$J_{погл}$ - потеря мощности светового пучка в растворе;

$J_{\text{прон}}$ - мощность светового пучка, достигшего приемного измерительного устройства.

Эти измерения проводятся при помощи колориметра - прибора, измеряющего оптическую плотность растворов D .

Из формулы (2.1) видно: чем выше концентрация вещества в растворе ($J_{\text{погл}}$), тем меньше его светопропускаемость ($J_{\text{прон}}$).

Оптическая плотность окрашенного раствора прямо пропорциональна концентрации вещества в растворе. Это принцип, на котором построена работа колориметра.

Перед проведением измерений подбираются фильтры и кюветы соответственно данному раствору. Фильтр следует подобрать с такой длиной волны, при которой исследуемое вещество будет иметь максимальную светопропускаемость.

Кюветы выбираются визуально соответственно интенсивности окраски раствора: если раствор интенсивно окрашен (темный), выбирается кювета с малой рабочей длиной. Для слабоокрашенных растворов выбираются кюветы с большей рабочей длиной.

В выбранную кювету заливается раствор, в ход лучей включается выбранный светофильтр и измеряется оптическая плотность исследуемого раствора.

При измерении ряда растворов различной плотности подобрать кювету так, чтобы раствор средней плотности дал измерения $D = 0,3 - 0,5$.

Если D (оптическая плотность) раствора меньше $0,2 - 0,3$, выбрать кювету с большей рабочей длиной.

На точность измерений большое влияние оказывает чистота рабочих граней. Поэтому во время работы кюветы берут руками только за нерабочие грани, а после заполнения их раствором следят за отсутствием на стенках даже мельчайших пузырьков воздуха.

При работе с фотоколориметром чаще всего применяется прием построения градуировочного графика. Для построения необходимо измерить оптическую плотность нескольких стандартных растворов с концентрациями в пределах, где обязательно будет заключаться концентрация испытуемого раствора.

Строят график зависимости оптической плотности от концентрации вещества $D = f(C)$ и по измеренной оптической плотности испытуемого раствора находят его концентрацию.

2.2 Экспериментальная часть

Опыт 1. Определение запаха

Оборудование и реактивы:

- колбы плоскодонные с притертыми пробками емкостью 250 мл, ГОСТ 1770-74;
- водяная баня;
- цилиндр мерный по ГОСТ 1770-74 емкостью 100-1000 мл;
- вода питьевая для испытания.

Проведение опыта

Характер запаха определяют ощущением и анализом воспринимаемого запаха испытуемой пробы воды с определением его оттенка - землистый, хлорный, нефтепродуктов.

Определение запаха при 20 °С

1. С помощью мерного цилиндра отмерить 100 мл исследуемой воды в плоскодонную колбу.
2. Закрывать колбу пробкой, содержимое несколько раз перемешать круговыми движениями.
3. Колбу открыть и определить интенсивность и характер запаха в соответствии с таблицей 2.3.
- 4.

Определение запаха при 60 °С

С помощью мерного цилиндра отмерить 100 мл испытуемой воды и вылить пробу в колбу.

1. Колбу закрыть пробкой и нагреть на водяной бане до 60С. Температуру контролировать термометром водяным, ГОСТ 28498-90.
2. Снять колбу с бани, содержимое несколько раз перемешать вращательными движениями.
3. Открыв пробку быстро определить характер и интенсивность запаха по пятибалльной системе, как указано в таблице 2.3 из ГОСТ 2874 – 82.

Таблица 2.3 - Оценка интенсивности запаха воды

Интенсивность запаха	Характер появления запаха	Оценка интенсивности запаха, баллы
Нет	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах не ощущается потребителем, но обнаруживается при лабораторном исследовании	1

Продолжение таблицы 2.3

Интенсивность запаха	Характер появления запаха	Оценка интенсивности запаха, баллы
Слабая	Запах замечается потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздерживаться от питья	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

Согласно ГОСТ 2874 - 82 интенсивность запаха питьевой воды не должна превышать 2 баллов.

Опыт 2. Определение вкуса питьевой воды

Органолептическим методом определяют характер и интенсивность вкуса и привкуса питьевой воды.

Различают четыре основных вида вкуса: соленый, кислый, сладкий, горький. Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами.

Испытуемую воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая, задерживают 3 - 5 секунд. Характер вкуса и привкуса определяют анализом ощущения воспринятого вкуса или привкуса при 20⁰С по пятибалльной системе согласно требованиям ГОСТ 2874 - 82, приведенным в таблице 2.4.

Таблица 2.4 - Оценка интенсивности вкуса воды

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер появления вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса, балл
Нет	Вкус и привкус не ощущается	0
Очень слабая	Вкус и привкус не ощущаются потребителем, но обнаруживаются в лабораторном исследовании	1
Слабая	Вкус и привкус замечаются потребителем, если обратить на них его внимание	2
Заметная	Вкус и привкус легко замечают и вызывают неодобрительный отзыв о воде	3

Продолжение таблицы 2.4

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер появления вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса, балл
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от питья	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильные, что делает воду не пригодной к употреблению	5

Опыт 3. Определение мутности воды

Мутной называют воду, непрозрачную в проходящем свете, отдельные взвешенные частицы в ней неразличимы невооруженным глазом, и при отстаивании в течение 5-6 часов взвешенные частицы из раствора не выделяются.

Так, в речных водах с умеренной мутностью во взвешенном состоянии содержится большая часть алюминия, более 90 % свинца, 30 - 35 % мышьяка и кадмия и более 20% ртути. Наименее мутной и наиболее чистой считается вода озера Байкал, в которой содержание свинца составляет 0,7, кадмия - 0,02 , ртути - 0,1 и мышьяка - 0,3 мкг/литр.

В нашей работе для определения прозрачности используется цилиндр из прозрачного стекла высотой 350 мм и внутренним диаметром 40 мм, градуированный делениями по 10 мм.

Образец шрифта помещают под цилиндр. Это черные типографские знаки на белой бумаге, например - разомкнутая окружность, буквы, цифры или юстировочная метка, крест. Для освещения шрифта применена вольфрамовая лампа постоянного тока мощностью 3 Вт.

Перед определением прозрачности проба воды тщательно перемешивается и ею заполняется цилиндр. Предположим, при первом максимальном отсчете толщины слоя воды юстировочная метка не видна. Тогда толщина слоя последовательно уменьшается до тех пор, пока образец шрифта станет виден, четко определится место размыкания окружности или место пересечения линий креста. **Высота слоя воды в цилиндре, при которой стали видны юстировочные знаки, и даст отсчет величины прозрачности.** Питьевая вода не может иметь прозрачность по шрифту менее 300 мм.

Результаты определения органолептических свойств воды занести в таблицу 2.5.

Таблица 2.5 - Результаты органолептических измерений свойств воды

Наименование показателя	Эксперимент		Норматив
	при 20 ⁰ С	при 60 ⁰ С	
Запах, не более:			не более 2 баллов
1. (описать характер запаха)			
2. (описать характер запаха)			
3. (описать характер запаха)			
Вкус и привкус, не более:			не более 2 баллов
1. (описать какой вкус)			
2. (описать какой вкус)			
3. (описать какой вкус)			
Мутность по стандартной шкале			Высота столба воды по шрифту не менее 300 мм

Сделать выводы о полученных данных.

Сравнить с требованиями ГОСТ 2874 - 82, приведенными в графе 3 таблицы 2.5.

Опыт 4. Колориметрический метод определения цветности воды

Цветность воды определяют колориметрическим методом - путем сравнения проб испытуемой жидкости с растворами, имитирующими цвет природной воды.

Материалы и реактивы:

- 1 фотоэлектроколориметр с синим светофильтром, длина волны 413 нм;
- 2 кюветы с толщиной поглощающего слоя 5 - 10 см;
- 3 образцы воды для построения градуировочного графика
- 4 вода дистиллированная ГОСТ 6709-72.

Все реактивы классификации чистоты не ниже ч.д.а. (чистые для анализа).

Работа с прибором

Фотометр фотоэлектрический КФК-3 (в дальнейшем фотометр) предназначен для измерения оптической плотности жидкостей и прозрачных твердых образцов.

Принцип действия фотометра основан на сравнении светового потока Φ_0 , прошедшего через стандартный раствор (образец) и светового потока Φ , прошедшего через исследуемый раствор или твердый образец. Световые потоки Φ_0 и Φ преобразуются в электрические сигналы U_0 и U . В сравнительном анализе учитывается также сигнал U_t , измеренный при неосвещенном приемнике. Все сигналы обрабатываются микросхемой фотометра и высвечиваются на цифровом табло. Для вычислений в микросхему заложены формулы коэффициента пропускания как отношения световых потоков или

отношения пропорциональных им разностей соответствующих электрических сигналов, переведенных затем в проценты:

$$T = \frac{\Phi}{\Phi_0} \cdot 100\% = \frac{U - U_t}{U_0 - U_t} \cdot 100\% \quad (2.2)$$

Оптическая плотность D выражается как логарифм отношения измеренных токов принятого светового сигнала при измерении светового потока, прошедшего через стандартный, а затем через исследуемый раствор:

$$D = \lg \frac{I}{I_t} = h \cdot C \cdot E \quad (2.3)$$

Проведение опыта

1. Установить в гнездо I (поз. 5 рисунок 2.1) кюветного отделения фотометра кювету со стандартным раствором (по отношению к которому проводятся измерения).

2. Поворотом рукоятки (поз.4 рисунок 2.1) влево до упора передвинуть кювету со стандартным раствором в световой пучок.

3. Установить ручкой (поз.2 рисунок 2.1) рабочую длину волны. Это значение высветится на верхнем цифровом табло.

4. При закрытой крышке кюветного отделения нажать клавишу “Г” (режим градуировки фотометра). На нижнем цифровом табло слева от мигающей запятой высветится символ “Г”. Нажать клавишу “Е” - слева от мигающей запятой высветится символ “Е”, а справа - значение “0,000-0,001”, означающее правильную установку начального отсчета оптической плотности. Если этот отсчет установился с большим отклонением, нажать клавиши “Г” и “Е” повторно с интервалом в 3 - 5 секунд. Открыть крышку кюветного отделения и нажать клавишу “нуль”, закрыть крышку, нажать клавишу “Е”.

5. Затем рукоятку (поз.4 рисунок 2.1) установить вправо до упора, при этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. Отсчет на световом табло справа от мигающей запятой соответствует оптической плотности исследуемого раствора.

Построение градуировочного графика и определение цветности раствора по нему

1. Для построения градуировочного графика необходимо использовать стандартные растворы с известной цветностью, так чтобы их градусность включала область цветности исследуемого раствора.

2. Измерить оптические плотности всех стандартных растворов и построить градуировочный график, откладывая по оси абсцисс цветность в градусах, а по оси ординат - соответствующие им значения оптической плотности.

3. Измерить оптическую плотность исследуемого раствора. Зная оптическую плотность исследуемого раствора и имея градуировочный график, определить по градуировочному графику цветность исследуемой пробы.

Примечание:

При определении цветности с помощью фотоэлектроколориметра используется кювета с толщиной поглощающего свет слоя 5-10 см. Контрольной жидкостью служит дистиллированная вода, из которой удалены взвешенные вещества путем фильтрации через мембранные фильтры № 4. Оптическая плотность исследуемой пробы воды измеряется в синей части спектра со светофильтром при $\lambda = 413$ нм.

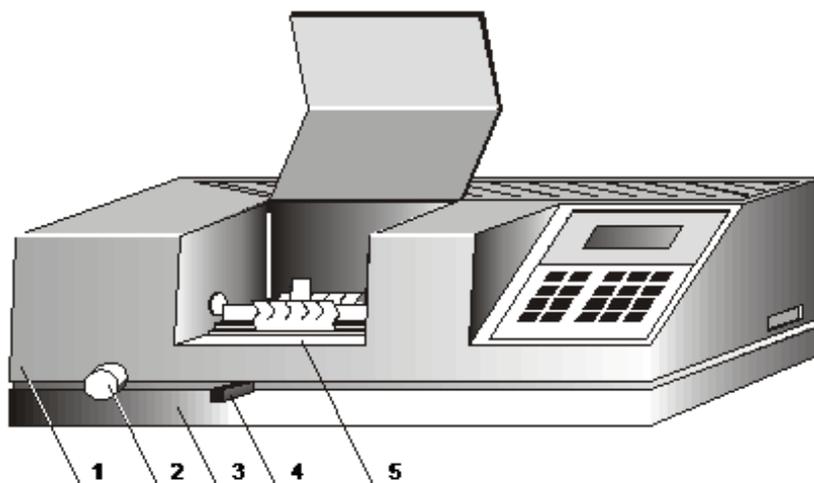


Рисунок 2.1 - Устройство фотоэлектроколориметра

По результатам измерений сделать выводы о пригодности питьевой воды для питья. Цветность питьевой воды не должна превышать 20⁰С, ГОСТ 2874-82. Результаты эксперимента занести в таблицу 2.6.

Таблица 2.6 - Результаты колориметрических измерений цветности воды

Исследуемый образец, цветность, градусы	Экспериментальные данные	Норматив
Исследуемый образец		не более 20
Колба 1		
Колба 2		
Колба 3		
Колба 4		
Колба 5		

2.3 Контрольные вопросы

1. В чем заключается сущность колориметрического метода?
2. Преимущества колориметрического метода.
3. Что такое стандартный раствор?
4. Что такое исследуемый раствор?
5. Как построить градуировочный график?
6. Что такое ПДК?
7. Что является мерой концентрации?
8. Что влияет на точность измерений?
9. Как подобрать кювету?
10. Что служит контрольным раствором в данном эксперименте?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №3

Тема: Определение жесткости питьевой воды

Цель работы - овладение методом количественного анализа питьевой воды по показателям постоянной и временной жесткости.

3.1 Теоретические сведения

ХИМИЧЕСКИЙ ЭКВИВАЛЕНТ - это массовое количество химического элемента, которое присоединяет или замещает 1,008 массовых частей (м.ч.) водорода или 8 м.ч. кислорода. В ходе реакций элементы соединяются в количествах, соответствующих их химическим эквивалентам.

Численно химический эквивалент выражается в любых массовых единицах, соответствующих массовости данной реакции. Например, массовость лабораторных опытов - граммы и миллиграммы, а количества реагирующих веществ запишем как г.эquiv или мг.эquiv. В океанах, атмосфере, в Земном ядре происходят реакции с массовостью т.эquiv и Мт.эquiv.

ПРОИЗВЕДЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ЭКВИВАЛЕНТА НА ВАЛЕНТНОСТЬ ВЕЩЕСТВА РАВНО АТОМНОЙ МАССЕ ЭЛЕМЕНТА.

Исходя из этого правила производятся все расчеты химических реакций с помощью Периодической системы элементов Менделеева.

НОРМАЛЬНЫЙ РАСТВОР содержит в 1 кубическом дециметре (литре) один г.эquiv растворенного вещества. Для наглядности сравнения нормальной и процентной концентраций рассмотрим подсчет процентности децинормального раствора соляной кислоты. (0,1N HCl), который используется при титровании в данной работе.

Для подсчетов возьмем массовые числа H(1,008) и Cl(35,45), сложим их (36,458), округлим (36), вычислим 0,1 (3,6). Значит, один литр 0,1N раствора HCl содержит 3,6 г кислоты, а в 100 г этого раствора - 0,36г HCl. Округленно процентность такого раствора - 0,4 %.

ТИТР - в объемном химическом анализе - концентрация раствора реактива, число граммов вещества в 1 мл раствора.

ТИТРОВАНИЕ - это метод объемного химического анализа, состоящий в постепенном струйно-капельном приливании реактива известной концентрации к известному объему другого реактива, концентрацию которого нужно установить в ходе опыта.

ИНДИКАТОР МЕТИЛОВЫЙ ОРАНЖЕВЫЙ, цветовой определитель рН среды.

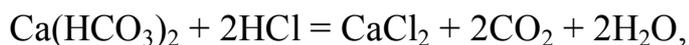
рН < 3 кислая среда - красный (розовый)

рН = 5,5 нормальная - оранжевый

рН > 7 щелочная - желтый (светло-желтый)

Титрование происходит в присутствии индикатора рН среды, по изменению цвета которого и прекращают титрование. Установка для титрования состоит из металлического штатива, на котором закреплена стеклянная бюретка с кислотой и колбы с анализируемой жидкостью.

Существует пропорция для вычисления неизвестной концентрации примесей в анализируемой жидкости. Выведем ее из уравнения:



где известна нормальность (0,1) и количество кислоты, пошедшей на титрование. Количество анализируемой жидкости задано условием опыта, но может быть любое. Зная эквивалент Са (20,04), эквивалент соляной кислоты HCl (36,5) и считая, что 1 литр нормального раствора HCl прореагирует с 20,04 г Са²⁺, принимаем, что 1 мл 0,1N HCl соответствует 2,004 мг Са²⁺. Установив опытным путем объем кислоты V HCl, пошедший на титрование 50 мл жесткой воды, можно определить количество мг Са²⁺, содержащегося в этом объеме исследуемой воды, а затем и в литре такой воды, умножив полученную величину на 1000:50=20

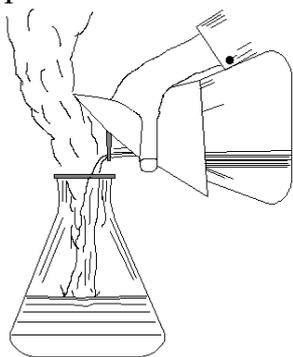
1 мл 0,1N HCl 2,004 мг Са

V 0,1N HCl X мг Са

Меры предосторожности при проведении работ с химическими реактивами:

1. Работайте всегда на одном и том же месте.
2. Не загромождайте рабочий стол свертками, папками, книгами.
3. Запрещается приносить в лабораторию съестное, напитки, использовать жевательную резинку во время работы.
4. Соблюдать в лаборатории тишину и чистоту.
5. Перед каждой лабораторной работой внимательно изучить теоретический материал по указанной теме.
6. Приступить к опыту только после того, как уяснена его цель и порядок выполнения.

7. Особая осторожность требуется при работе со стеклянной посудой и приборами.



8. При нагревании стеклянных колб на плитке подложите асбестовую ткань.

9. Децинормальные растворы солей, кислот и щелочей имеют низкую процентную концентрацию, но при работе с ними не следует забывать общие правила предосторожности при работе с химическими веществами.

10. Особого внимания требует фильтрация горячего раствора. При переливании его из колбы в воронку с фильтром следует сложить салфетку углом и сделать защитный выступ под рукой из ткани.

Соли кальция и магния, растворенные в воде, вызывают ее жесткость. Показатель жесткости выражается в мг.эquiv/литр. Один мг.эquiv жесткости соответствует содержанию в литре воды 20,04 мг Ca^{2+} или 12,16 мг Mg^{2+} .

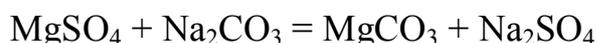
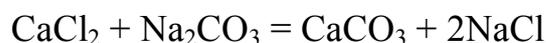
Различают жесткость постоянную и временную.

Временная жесткость обусловлена присутствием в воде гидрокарбонатов кальция и магния $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ и $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$, она устраняется длительным кипячением



Эта реакция обратима (равновесна), так как при контакте CO_2 с раствором можно снова получить кислую соль. Только при кипячении CO_2 улетучивается и равновесие смещается в сторону нерастворимой соли.

Постоянная жесткость - это жесткость кипяченой воды, вызывается присутствием в воде хлоридов и сульфатов кальция и магния двухвалентных. Большие значения жесткости опасны отложениями внутри водопроводных и особенно водонагревательных систем нерастворимого осадка, выводящего из строя оборудование. Борьба с этим явлением сводится к связыванию ионов кальция и магния в нерастворимые соли до подачи такой воды в системы водоснабжения



Общая жесткость воды - это сумма постоянной и временной жесткости. Обычно показатели временной жесткости в несколько раз превышают индексы постоянной.

Фактор жесткости питьевой воды определяет региональные особенности состояния здоровья населения наряду с характерными для данного пункта, местности вредными примесями в воздухе, воде и почвах.

Принято считать воду с общей жесткостью:

- до 3,5 мг.экв/литр - мягкой;
- от 3,5 до 7 мг.экв/литр - средней;
- от 7 до 10 мг.экв/литр - жесткой;
- свыше 10 мг.экв/литр - очень жесткой.

Большие значения жесткости, характерные для артезианских вод солонцовых почв, придают воде неприятный вкус и небезопасны при ежедневном применении в пищу, так как провоцируют отложения солей в суставах (полиартриты, остеохондрозы), общее нарушение обменных процессов в организме. Ионы кальция и магния омыляют жиры, нарушая процессы всасывания питательных веществ в кишечнике, вызывая дерматиты. Повышенное содержание кальция в питьевой воде на фоне йодной недостаточности вызывает заболевания щитовидной железы. Повышенное содержание магния снижает моторику кишечника, препятствуя пищеварительному процессу.

Пониженное содержание солей жесткости (ВОЗ ограничивает нижний допустимый предел 1,5 мг.экв/л) также опасно и вызывает у населения кариес и ослабление костей скелета, так как организм в этом случае восполняет недостаток кальция за счет внутренних ресурсов.

Таким образом, жесткость питьевой воды нормируется, исходя из ее гигиенического значения на уровне 7 мг.экв/литр.(ГОСТ 2874-82).

Допустимая жесткость промышленных вод различна для разных производств. Например, для банно-прачечного хозяйства предпочтительна мягкая вода, так как сульфаты кальция и магния дают реакцию с моющими средствами с образованием нерастворимого трудноудаляемого осадка. Для пищевой промышленности опасны как повышенные, так и пониженные значения жесткости, поэтому здесь предпочитается интервал от 5 до 7 единиц.

Жесткость воды может быть устранена следующими способами:

- кипячением;
- химическим способом;
- перегонкой;
- деминерализацией.

Кипячение воды

Гидрокарбонаты кальция и магния могут находиться в растворе только при наличии в нем свободного углекислого газа. Такой раствор можно рассматривать как равновесную систему.



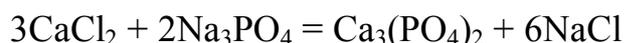
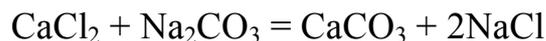
Растворимость газов падает при повышении температуры, при кипячении воды из нее устраняется углекислый газ. Поэтому понижение концентрации углекислого газа смещает равновесие в сторону нерастворимых карбонатов.

Химический способ устранения жесткости

На практике карбонатная жесткость устраняется не кипячением, а добавкой такого химреактента, который переведет ион кальция или магния в труднорастворимые соединения. Например:



или



Перегонка

Катионным способом - пропустить через слой природного минерала цеолита или его синтетического аналога - пермутита (алюмосиликата $\text{Na}_2\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_6 \cdot \text{H}_2\text{O}$.) При этом происходит обменная реакция



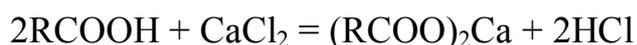
где П - пермутитовая группа без натрия, замещаемого кальцием жесткой воды.

На этом принципе действуют фильтры доочистки воды, в т.ч. бытовые.

Деминерализация воды

Жесткость можно устранить с помощью ионообменных смол, представляющих собой высокомолекулярные органические вещества, содержащие кислотные или основные функциональные группы. Смолы - катиониты содержат карбоксильную группу COOH или сульфогруппу OS_3H , смолы-аниониты аминогруппу NH_2 -. Если остаток смолы обозначить R, то катионит запишется как R-COOH, анионит как R-NH₂.

Реакция деминерализации пойдет так:



Рассмотренные процессы снижения содержания солей жесткости называются умягчением воды. Чаще всего эти процессы применяются для воды, идущей на питание котлоагрегатов с целью предотвращения образования накипи. В быту устранение жесткости предпочтительно сочетать с другими способами очистки. Такой комплекс включают в себя все известные бытовые

фильтры промышленного производства. Обычно в них использованы сорбенты (поглотители) двух-трех типов, расположенные каскадно один за другим: против взвешенных частиц, против химически активных и микробиологических примесей.

Представьте ситуацию, когда повышенное содержание частиц почвы, нередкое для российских условий, выводит из строя первый каскад. Тогда два остальных механизма очистки, не рассчитанные на поглощение механических примесей, также не сработают и, более того, вскоре сами станут источником дополнительного загрязнения.

По мнению многих ученых-экологов, разработка бытовых фильтров для условий России должна учитывать прежде всего состояние исходного продукта очистки, даже формулировка которого - сложная научная проблема.

3.2 Экспериментальная часть

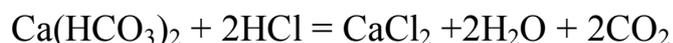
Приборы и реактивы:

1. цилиндр мерный емкостью 100-1000 мл, ГОСТ 1770
2. цилиндр мерный емкостью 10-20 мл, ГОСТ 1770
3. колбы конические плоскодонные емкостью 150-250 мл, ГОСТ 25336
4. бюретка стеклянная мерная с краном 5-25 мл, ГОСТ 1770
5. воронка стеклянная фильтровальная, ГОСТ 23932
6. фильтры бумажные диаметром 7 см
7. кислота соляная децинормальной концентрации;
8. натрий едкий, децинормальный раствор;
9. натрия карбонат, децинормальный раствор;
10. индикатор метиловый оранжевый.

Опыт 1. Определение временной жесткости

Замечание. Подготовить 6 конических колб емкостью 250 мл и отмерить во все по 50 мл исследуемой водопроводной воды для опытов 1 и 2.

Способ основан на реакции между соляной кислотой и гидрокарбонатами.



Аналогично уравнение для магния.

Титрование контролируется индикатором метиловым оранжевым.

Методика проведения эксперимента следующая.

1. Поместить в три конические колбы по 50 мл исследуемой воды.
2. Добавить в каждую колбу по две-три капли индикатора метилового оранжевого.
3. Заполнить бюретку 0,1N раствором соляной кислоты до верхней нулевой отметки.

По каплям добавлять в колбу децинормальный раствор соляной кислоты из бюретки, осторожно размешивая реагенты покачиванием колбы. Титрование прекратить, как только окраска жидкости в колбе перейдет в розовую.

1. Оценить изменение цвета раствора.

2. Подсчитать по шкале бюретки и записать расход кислоты на титрование в табл. 1 V_{k1} в мл.

3. Слить в сток оттитрованную пробу и трижды ополоснуть колбу водопроводной водой.

4. Снова с помощью мерного цилиндра отмерить в колбу 50 мл испытуемой воды и добавить 2-3 капли индикатора метилового оранжевого.

5. Повторить пункты 3-7, определив V_{k2} и V_{k3} . Результаты занести в таблицу расхода кислоты в соответствующие графы.

6. Вычислить из полученных данных V_k среднее. Использовать это среднее значение для расчетов временной жесткости по формуле

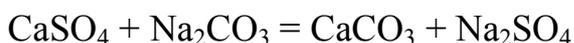
$$Ж_{ep} = \frac{V_k \cdot C_k \cdot 1000}{V_v} \quad (3.1)$$

где $Ж_{ep}$ - временная жесткость воды, $\frac{мг. экв}{л}$;
 V_k - объем кислоты, использованной на титрование одной пробы исследуемой водопроводной воды, средний из трех проб, мл;
 C_k - нормальная концентрация раствора кислоты (0,1 N);
 V_v - объем пробы воды, мл.

Результаты вычисления временной жесткости занести в таблицу 3.2.

Опыт 2. Определение общей жесткости воды

Способ основан на осаждении ионов двухвалентного кальция и магния растворами щелочной смеси, состоящей из децинормальных растворов едкого натрия и карбоната натрия.



Для магния уравнения аналогичны.

Взяв щелочную смесь в избытке, определим не прореагировавшую часть титрованием децинормальным раствором соляной кислоты.

Подсчитав расход кислоты на титрование, вычислим общую жесткость.

Порядок проведения опыта

1. С помощью мерного цилиндра отмерить в коническую колбу 50 мл испытуемой на содержание солей жесткости воды.

2. Мерным цилиндром емкостью 10 мл отмерить и добавить в колбу с исследуемой водой по 10 мл децинормальных растворов NaOH и Na₂CO₃ (итого 20 мл), что достаточно для создания избытка щелочи в пробе.

3. Прокипятить колбу с раствором, состоящим из смеси исследуемой воды со щелочью, в течение 3-5 минут, чтобы добиться необратимого разложения солей жесткости.

4. Остудить колбу и профильтровать раствор, учитывая требования раздела "Меры предосторожности".

5. В отфильтрованную воду добавить 2-3 капли индикатора метилового оранжевого до создания светло-желтой окраски раствора.

6. Выполнить титрование децинормальным раствором соляной кислоты, как указано в пункте 3 и 4 опыта 1 настоящей работы.

7. Расход децинормального раствора соляной кислоты отсчитать по шкале бюретки и записать в табл.1 в соответствующей графе.

8. Опыт проделать трижды и вычислить среднее значение V_к в таблицу 3.1.

9. Вычислить общую жесткость Ж_о испытуемой воды по формуле

$$Ж_o = \frac{V_{щ} \cdot C_{щ} - V_k \cdot C_k}{V_v} \cdot 1000 \quad (3.2)$$

где V_щ- объем растворов щелочной смеси, мл;

C_щ- нормальность концентрации щелочи;

V_к- объем раствора кислоты, использованной на титрование подщелоченной воды (из пункта 8 опыта 2 настоящей работы);

C_к- нормальность концентрации раствора кислоты;

V_в- объем пробы воды (в нашем опыте 50 мл).

Результаты вычисления занести в таблицу 3.2.

Вычислив опытным путем величины временной и общей жесткости, можно определить и постоянную жесткость по известной формуле

$$Ж_{пост} = Ж_o - Ж_{вр} \quad (3.3)$$

Таблица 3.1 - Результаты экспериментальной работы

Опыт 1				Опыт 2			
V _{к1}	V _{к2}	V _{к3}	V _{кср}	V _{к1}	V _{к2}	V _{к3}	V _{кср}

Таблица 3.2- Экспериментально установленная жесткость воды

Ж _{вр}	Ж _о	Ж _{пост}

Сделать выводы о величинах жесткости питьевой воды, которую вы исследовали и сравнить с нормами ГОСТ 2874-73, приведенными в таблице 3.3.

Таблица 3.3 - Нормативы качества питьевой воды

Наименование показателя	Норматив	Метод испытания	Допуск для водопроводов без обработки
Водородный показатель рН	6,0-9,0	Измеряется рН-метром	
Железо Fe, мг/л, не более	0,3	По ГОСТ 4011	1,0
Жесткость общая, моль/м ³ , не более	7,0	По ГОСТ 4151	10,0
Марганец Mg, мг/л, не более	0,1	По ГОСТ 4974	0,5
Медь Cu ²⁺ , мг/л, не более	1,0	По ГОСТ 4388	
Полифосфаты PO ₄ ³⁻ , мг/л, не более	3,5	По ГОСТ 18309	
Сульфаты SO ₄ ²⁻ , мг/л, не более	500	По ГОСТ 4389	
Сухой остаток, мг/л, не более	1000	По ГОСТ 18164	1500
Хлориды (Cl), мг/л, не более	350	По ГОСТ 4245	
Цинк Zn ²⁺ , мг/л, не более	0,5	По ГОСТ 18293	

3.3 Контрольные вопросы

1. Влияет ли величина фильтрующего слоя источника на показатели жесткости?

2. Что такое общая, постоянная и временная жесткости? Какая из них больше и на сколько? В каких единицах они измеряются?

3. Какие неудобства связаны с применением особо жесткой воды

4. в тепловом хозяйстве,

5. в связи с применением в быту,

6. при употреблении в пищу?

7. Перечислить способы устранения жесткости воды.

8. Жесткость какой воды выше - колодезной, речной, водопроводной?

Почему?

9. Какова опасность употребления в пищу особо мягкой воды? Назовите нижний гигиенически безопасный предел содержания солей жесткости в питьевой воде.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 4

Тема: Определение содержания железа в воде фотометрическим методом

Цель работы: освоить методику определения ионов железа в растворах с использованием прибора фотокolorиметра.

4.1 Теоретические сведения

Железо постоянно содержится в поверхностных и подземных водах в виде солей Fe (II) и Fe (III), т. е. в виде ионов Fe^{2+} и Fe^{3+} . Предельно допустимая концентрация железа в питьевой воде не должна превышать 0,3 мг/л. Повышенное количество железа в воде придает ей бурую окраску и железистый привкус.

Железо (лат. ferrum) – химический элемент VIII группы периодической системы элементов Д. И. Менделеева, атомный номер 26, атомная масса 55,847. Блестящий серебристо-белый пластичный металл, плотностью 7,874 г/см³, $t_{\text{плав.}} = 1535$ °С.

Железо – один из семи металлов, известных человечеству с глубокой древности. По распространенности в литосфере железо находится на 4-м месте среди всех элементов и на 2-м месте после алюминия среди металлов. Его кларк (процентное содержание по массе) в земной коре составляет 4,65 %. Железо входит в состав более 300 минералов, но промышленное значение имеют только руды с содержанием не менее 16 % железа: магнетит (магнитный железняк) – Fe_3O_4 (72,4 % Fe), гематит (железный блеск или красный железняк) – Fe_2O_3 (70 % Fe), бурые железняки (гётит, лимонит и т. п.) с содержанием железа до 66,1 % Fe, но чаще 30–55 %.

Железо давно и повсеместно применяется в технике, причем не столько в силу своего широкого распространения в природе, сколько в силу своих свойств: оно пластично, легко поддается горячей и холодной ковке, штамповке и волочению. Однако чистое железо обладает низкой прочностью и химической стойкостью (на воздухе в присутствии влаги окисляется, покрываясь нерастворимой рыхлой ржавчиной бурого цвета). Таким образом, в чистом виде железо практически не применяется. То, что мы в быту привыкли называть «железом» и «железными» изделиями на самом деле изготовлено из чугуна и стали – сплавов железа с углеродом, иногда с добавлением других, так называемых легирующих элементов, придающих этим сплавам особые свойства.

Главными источниками соединений железа в природных водах являются процессы химического выветривания и растворения горных пород. Железо реагирует с содержащимися в природных водах минеральными и органическими веществами, образуя сложный комплекс соединений, находящихся в воде в растворенном, коллоидном и взвешенном состоянии. Значительные количества железа поступают с подземным стоком и со сточными

водами предприятий металлургической, металлообрабатывающей, текстильной, лакокрасочной промышленности и с сельскохозяйственными стоками. В питьевой воде железо может присутствовать также вследствие применения на муниципальных станциях очистки воды железосодержащих коагулянтов, либо из-за коррозии «черных» (изготовленных из чугуна или стали) водопроводных труб.

Основной формой содержания железа в поверхностных водах являются комплексные соединения трехвалентных ионов железа с растворенными неорганическими и органическими соединениями, главным образом с солями гуминовых кислот – *гуматами*. Поэтому повышенное содержание железа наблюдается в болотных водах (единицы миллиграммов), где концентрация гумусовых веществ достаточно велика. При $pH = 8,0$ основной формой железа в воде является гидрат оксида железа $Fe(OH)_3$, находящийся во взвешенной коллоидной форме.

Наибольшие же концентрации железа (до нескольких десятков миллиграмм в 1 дм^3) наблюдаются в подземных водах с низкими значениями pH и с низким содержанием растворенного кислорода, а в районах залегания сульфатных руд и зонах молодого вулканизма концентрации железа могут достигать даже сотен миллиграммов в 1 литре воды. В подземных водах железо присутствует в основном в растворенном двухвалентном виде. Трехвалентное железо при определенных условиях также может присутствовать в воде в растворенном виде как в форме неорганических солей (например, сульфатов), так и в составе растворимых органических комплексов.

Основной путь поступления железа в организм человека – с пищей. По оценкам ВОЗ (Всемирная организация здравоохранения) доля воды в общем объеме естественного поступления железа в организм среднестатистического человека не превышает 10 %. У людей определенных профессий (шахтеров, занятых на разработках железных руд и в меньшей степени у сварщиков) возможно попадание соединений железа с пылью при дыхании, что может вызывать профессиональные заболевания.

Из продуктов питания наиболее богаты железом печень, мясо и почки животных, яичный желток, рыба, а также сушеные белые грибы, бобовые (горох, фасоль, соя), гречка, зелень шпината и петрушки, айва, чернослив, абрикосы, другие овощи и фрукты.

При этом надо отметить, что железо – трудно усваиваемый элемент и с точки зрения его поступления в организм усвояемость железа становится даже более важным показателем, чем его абсолютное содержание в том или ином продукте. Так, из продуктов животного происхождения, где железо содержится в так называемой гемовой (дословно «относящийся к крови») форме, усваивается от 10 % (рыба) до 20–30 % (телятина) железа. Из продуктов же растительного происхождения (где железо содержится в негемовой двухвалентной форме) этот показатель ниже – от 1 % (рис, шпинат) до 6 % (соя, бобы). Железо же в трехвалентной форме практически не усваивается.

Таким образом, средняя усвояемость железа из продуктов питания составляет около 10 % (порядка 6 % у мужчин и 14 % у женщин).

Всасыванию железа способствует витамин С – аскорбиновая кислота (восстанавливающая нерастворимое трехвалентное железо до растворимого двухвалентного), витамины группы В, микроэлементы медь и кобальт.

Препятствуют усвоению железа высокое содержание в пище (и, можно предполагать, воде) кальция и фосфатов, с которыми железо образует нерастворимые соединения; фосфатин и фитин, содержащиеся в зерновых продуктах (например, в хлебе и дрожжевом тесте); чай (железо образует трудно растворимые комплексы с дубильными веществами); избыток жиров; молоко и т. п.

Железо относится к числу **эссенциальных (жизненно важных) для человека микроэлементов**, участвуя в процессах кроветворения, внутриклеточного обмена и регулирования окислительно-восстановительных процессов.

Организм взрослого человека содержит 4–5 г железа, которое входит в состав важнейшего дыхательного пигмента *гемоглобина* (55–70 % от общего содержания), вырабатываемого костным мозгом и ответственного за перенос кислорода от легких к тканям, белка *миоглобина* (10–25 %), необходимого для накопления кислорода в мышечной ткани, а также в состав различных дыхательных ферментов (около 1 % общего содержания), например, *цитохромов*, катализирующих процесс дыхания в клетках и тканях. Кроме того, 20–25 % железа хранится в организме как резерв, сосредоточенный в печени и селезенке в виде *ферритина* (железо-белкового комплекса), служащего «сырьем» для получения всех вышеперечисленных многообразных соединений железа. В плазме крови содержится не более 0,1 % от общего содержания железа.

Выделяется железо из организма в основном через стенки толстого кишечника и незначительно через почки. За сутки выводится примерно 6–10 мг железа. Отсюда и суточная потребность человека в железе (речь, конечно, идет об усредненных цифрах): у женщин, например, потребность в железе выше, чем у мужчин – 15–18 мг. Однако, учитывая низкую усвояемость железа, с пищевым рационом человек должен получать в норме 60–100 мг железа в сутки.

Последствия железодефицита (ЖД) очень неприятны, так как любой недостаток железа в организме нарушает снабжение клеток кислородом. В результате этого:

- развивается железодефицитная анемия (малокровие);
- снижается иммунитет и, как следствие этого, увеличивается риск инфекционных заболеваний;
- у детей происходит задержка роста и умственного развития, повышается утомляемость и снижается успеваемость;
- взрослые ощущают постоянную усталость;
- происходят нежелательные изменения в тканях и органах.

Особой ранимостью при ЖД подвержены эпителиальные ткани: кожа, слизистые оболочки полости рта, желудочно-кишечного тракта (ЖКТ) и дыхательных путей. Одной из причин различных дерматитов, экзем и других заболеваний кожи может служить именно ЖД. Нарушение слизистой ЖКТ

сопровождается нарушением процесса всасывания питательных веществ. Вероятность кишечных инфекций и ОРЗ при ЖД увеличивается в 1,5–2 раза.

В целом, обмен железа в организме зависит от функционирования печени. При нарушениях в ее работе, а также при бедном железом рационе (например, при искусственном вскармливании детей, особенно чрезвычайно бедными железом коровьим и козьим молоком) возможно развитие железодефицитной анемии или, по-простому говоря, «малокровия». Это заболевание характеризуется бледностью кожи и слизистых, одутловатостью лица и сопровождается общей слабостью, быстрой физической и психической утомляемостью, отдышкой, головокружениями, шумом в ушах.

При нарушении клеточного метаболизма может развиваться и обратное явление – избыточное накопление железа в организме. При этом содержание железа в печени может достигать 20–30 г, а также наблюдаться повышенная его концентрация в поджелудочной железе, почках, миокарде, иногда в щитовидной железе, мышцах и эпителии языка. Избыток железа в первую очередь может оказывать влияние на печень, селезенку, головной мозг.

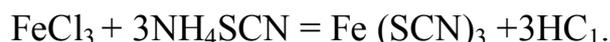
При уровне установленного ВОЗ (Всемирная организация здравоохранения) переносимого суточного потребления (ПСП) железа, равном 0.8 мг/кг массы тела человека, безопасное для здоровья суммарное содержание железа в воде составляет 2 мг/л. Это означает, что употребляя ежедневно на протяжении всей жизни такую воду, можно не опасаться за последствия для здоровья (другое дело, что вода с 2 мг/л железа будет иметь весьма «неаппетитный» вид).

4.2 Экспериментальная часть

Оборудование: прибор фотометр фотоэлектрический КФК–3–01–«ЗОМЗ», бюксы с природной водой, стакан с дистиллированной водой, растворы роданида калия или аммония, железоаммонийные квасцы, концентрированная соляная кислота, разбавленная соляная кислота 1:1, кристаллы персульфата аммония, пипетки, водяная баня.

Построение калибровочной кривой

Содержание железа в воде определяют колориметрически на основании реакции ионов Fe^{3+} с роданидом калия или аммония:



В результате такого взаимодействия образуется ярко-красный роданид железа, интенсивность окраски которого пропорциональна содержанию железа. Измеряют ее с использованием прибора фотометра фотоэлектрического КФК–3–01–«ЗОМЗ».

Для определения содержания железа (II) его предварительно окисляют до железа (III).

Этим методом можно определить 0,05–4,0 мг железа в 1 л воды с точностью +0,05 мг/л.

Ход работы

1. Готовят стандартный раствор с содержанием ионов Fe^{3+} 0,1 мг/мл. Для этого 0,8636 г железоаммонийных квасцов $\text{Fe}(\text{NH}_4)(\text{SO}_4)_2 \cdot 12 \text{H}_2\text{O}$ растворяют в мерной колбе на 1 л в небольшом количестве дистиллированной воды, добавляют несколько капель концентрированной соляной кислоты плотностью 1,19 г/см³ и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 л.

2. Из полученного стандартного раствора готовят 7 проб по 50 мл в каждой с концентрациями ионов Fe^{3+} : 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4 мг/л;

3. К каждой пробе добавляют по 2 мл соляной кислоты (1 : 1) и по 2 мл роданида калия (аммония). Все растворы окрашиваются в красный цвет различной интенсивности.

4. На фотоколориметре определяют оптические плотности этих растворов, начиная с первого. Используют кюветы с толщиной поглощающего слоя 10 мм и синий светофильтр.

5. Измерив, оптические плотности всех растворов, строят калибровочную кривую, откладывая на оси абсцисс концентрации, а на оси ординат – соответствующие им оптические плотности растворов.

Определение общего содержания железа в воде (суммы ионов Fe^{2+} и Fe^{3+})

1. В колбу вместимостью 200 мл наливают 50 мл исследуемой воды (в случае железистых вод, содержащих железа более 4,0 мг/л, берут меньший объем исследуемой воды и разбавляют ее дистиллированной водой до 50 мл), добавляют 1 мл разбавленной (1 : 1) соляной кислоты для создания кислой среды (взаимодействие Fe^{3+} с роданидом калия (аммония) протекает до конца в кислой среде).

2. Добавляют 2–3 кристаллика персульфата аммония для окисления $\text{Fe}(\text{II})$ в $\text{Fe}(\text{III})$.

3. Смесь нагревают на водяной бане в течение 10 мин, так как нагревание способствует лучшему окислению, охлаждают, добавляют 2 мл 50 %-го раствора роданида калия (аммония) и измеряют оптическую плотность (светофильтр синий, толщина поглощающего слоя 10 мм). Содержание железа определяют по калибровочной кривой.

4. Содержание Fe^{3+} в воде определяют аналогично, но персульфат аммония не добавляют и поэтому раствор не нагревают.

5. Количество железа (II) находят, вычитая из общего количества железа количество железа (III).

Результаты опытов записывают в форме таблицы 4.1.

Таблица 4.1 - Содержание железа в анализируемых растворах

Номер пробы	Содержание мг/л		
	Общее (Fe ³⁺ + Fe ²⁺)	Fe ²⁺	Fe ³⁺
1			
2			

4.3 Контрольные вопросы

1. Охарактеризуйте формы содержания железа в земной коре и в природных водах.
2. Биологические функции железа. Суточная потребность организма в железе.
3. Антропогенные и техногенные источники загрязнения железом природных вод.
4. Сущность калориметрического метода анализа. Основные источники погрешности.
5. Основные этапы фотометрического анализа.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 5

Тема: Определение загрязненности воды по содержанию в ней азотсодержащих веществ (аммиак, нитриты, нитраты)

Цель работы: освоить методику определения содержания азота аммиака, азота нитритов и азота нитратов в растворах с использованием прибора фотометра фотоэлектрического КФК–3–01–«ЗОМЗ».

5.1 Теоретические сведения

Азот необходим всем живым организмам для синтеза азотсодержащих строительных блоков – аминокислот, из которых образуются белки. Сине-зелёные водоросли усваивают газообразный азот из атмосферного воздуха. Растения добывают азот из почвы, в виде растворимых нитратов и соединений аммиака. Содержание азота в организме взрослого человека составляет около 3 % от массы тела.

Азот поступает в организм с пищевыми продуктами, в состав которых входят белки и другие азотсодержащие вещества. Эти вещества расщепляются в желудочно-кишечном тракте и затем всасываются в виде аминокислот и низкомолекулярных пептидов, из которых организм строит собственные аминокислоты и белки. Вместе с тем, организм человека не способен синтезировать некоторые необходимые аминокислоты и получать их с пищей.

Азот (в виде аминогруппы – NH₂) входит в состав различных биологических соединений, играющих огромную роль в процессах жизнедеятельности. Одним из конечных продуктов метаболизма этих веществ является аммиак NH₃. Из

организма азот выводится вместе с мочой, калом, выдыхаемым воздухом, а также с потом, слюной.

Физиологическая роль азота в организме ассоциируется, прежде всего, с белками и аминокислотами, их метаболизмом, участием в жизненно-важных процессах и влиянием на эти процессы. Аминокислоты являются исходными соединениями при биосинтезе гормонов, витаминов, медиаторов, пигментов, пуриновых и пиримидиновых оснований и т. д. Белки в пересчёте на сухой вес 44 % от массы тела.

Изменения в содержании белков и аминокислот, расстройства их метаболизма могут быть вызваны различными причинами. Среди этих причин – их недостаточное (или избыточное) поступление, нарушение переваривания и всасывания белка в желудочно-кишечном тракте, расстройство процессов экскреции азота и его соединений.

Оксид азота играет важнейшую роль медиатора, в патогенезе бронхиальной астмы, хронического гломерулонефрита, туберкулеза, рассеянного склероза, болезни Крона, различных опухолей, а также СПИДа. Оксид азота участвует в деструкции и метаболизме ферментов, содержащих железо, кобальт, марганец, цинк. Именно благодаря способности NO инактивировать Fe-содержащие ферменты происходит гибель внутриклеточных микроорганизмов, жизнедеятельность которых зависит от присутствия железа и других биоэлементов. Очевидно, что эта функция NO является универсальной и отводит NO решающую роль в элиминации «стареющих» молекул цитохромов, каталазы, гемоглобина.

Азот в форме аммиака и соединений аммония, получающихся в процессах биогенной азотфиксации, быстро окисляется до нитратов и нитритов (этот процесс носит название нитрификации). Последние, не связанные тканями растений (и далее по пищевой цепи травоядными и хищниками), недолго остаются в почве. Большинство нитратов и нитритов хорошо растворимы, поэтому они смываются водой и в конце концов попадают в мировой океан.

Азот, включённый в ткани растений и животных, после их гибели подвергается аммонификации (разложению содержащих азот сложных соединений с выделением аммиака и ионов аммония) и денитрификации, т. е. выделению атомарного азота, а также его оксидов. Эти процессы целиком происходят благодаря деятельности микроорганизмов в аэробных и анаэробных условиях.

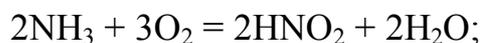
Азотсодержащие вещества (аммиак, нитраты, нитриты) образуются в воде главным образом в результате разложения белковых соединений, попадающих в нее с бытовыми сточными водами, а также со сточными водами содовых, коксобензольных, азотнотуковых и других заводов.

Белковые соединения под воздействием микроорганизмов подвергаются разложению, конечным продуктом которого является аммиак. Поэтому наличие его всегда вызывает подозрение о загрязнении воды бытовыми сточными водами. Такая вода не пригодна для питья.

В болотистых и торфяных водах аммиак образуется вследствие гниения растительных остатков, поэтому иногда в воде содержится аммиак

растительного или минерального происхождения. В этом случае наличие аммиака в санитарном отношении не опасно. Не опасно оно в санитарном отношении и при попадании аммиака со сточными водами.

Растворенный в воде аммиак при окислении кислородом воздуха под воздействием бактерий *Nitrosomonas* и *Nitrobacter* постепенно превращается в азотистую, а затем в азотную кислоту:



Первая стадия окисления протекает значительно быстрее, чем вторая. Процесс сильно замедляется с понижением температуры, а при 0° С почти прекращается.

По наличию того или иного азотсодержащего вещества можно судить о моменте загрязнения воды: наличие в воде аммиака и отсутствие нитритов свидетельствуют о недавнем загрязнении. Совместное их наличие – о том, что с момента загрязнения прошел некоторый промежуток времени. Отсутствие аммиака при наличии нитритов и особенно нитратов – что загрязнение воды произошло давно, и за это время вода самоочистилась.

По ГОСТу 2874–82 пригодной для питья считается вода, содержащая следы аммиака и азотистой кислоты и не более 30–40 мг/л азотной кислоты.

Азот аммонийный – повышение обычно указывает на свежее загрязнение. Основными источниками поступления в водоёмы ионов аммония являются животноводческие фермы, хозяйственно бытовые сточные воды, сточные воды предприятий пищевой и химической промышленности. Лимитирующий показатель вредности – токсикологический.

Азот нитритный – повышение его концентрации обычно указывает на свежее загрязнение. Нитриты представляет собой промежуточную ступень в цепи бактериальных процессов окисления аммония до нитратов (нитрификация – только в аэробных условиях) и, напротив, восстановления нитратов до азота и аммиака (денитрификация – при недостатке кислорода). Сезонные колебания содержания нитритов характеризуются отсутствием их зимой и появлением весной. Наибольшая концентрация наблюдается в конце лета. Осенью концентрация нитритов уменьшается.

Азот нитратный - повышение концентрации обычно указывает на загрязнение в предшествующем времени. Присутствие нитратных ионов в природных водах связано с внутриводоёмными процессами под действием нитрифицирующих бактерий; атмосферными осадками, которые поглощают образующиеся при атмосферных электрических разрядах оксиды азота; промышленными и хозяйственно-бытовыми сточными водами, особенно после биологической очистки. Концентрация в поверхностных водах подвержена заметным сезонным колебаниям: минимальная в вегетационный период, она увеличивается осенью и достигает максимума зимой.

5.2 Экспериментальная часть

Опыт 1. Определение содержания азота аммиака

Оборудование: бюксы с водой для анализа, химические стаканы, фотометр фотоэлектрический КФК–3–01–«ЗОМЗ» (см. прил. 2), кварцевые кюветы, 50 % раствор сегнетовой соли, реактив Несслера, растворы азота аммиака, колбы.

Ход работы

1. В колбу вместимостью 100 мл наливают 50 мл исследуемой воды, 1 мл 50 %-го раствора сегнетовой соли и 1 мл реактива Несслера, смесь тщательно перемешивают.

2. Через 10 мин определяют оптическую плотность раствора в кювете на фотометре КФК с толщиной поглощающего слоя 30 мм при синем светофильтре № 4.

3. Затем определяют оптические плотности $D_{1ст}$ и $D_{2ст}$ стандартных растворов с концентрацией азота аммиака 0,1 и 0,2 мг/л, к которым прибавлены такие же реактивы.

4. Содержание азота аммиака X рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C_{ст} \cdot D}{D_{ст}}, \quad (5.1)$$

используя данные для двух стандартных растворов.

5. Затем определяют среднее значение содержания азота аммиака в растворе.

Отчет о работе: представить тетрадь с рассчитанными показателями содержания азота аммиака в исследуемых водоемах.

Опыт 2. Определение содержания азота нитритов

Ход работы

1. В колбу вместимостью 100 мл наливают 50 мл исследуемой воды.

2. В две другие – по 50 мл стандартных растворов с концентрациями 0,002 и 0,004 мг/л азота нитритов, которые готовят разбавлением раствора нитрита натрия с содержанием азота нитритов 40 мг/л (0,1970 г/л NaNO_2).

3. В каждую колбу прибавляют по 5 мл раствора реактива Грисса или приблизительно по 0,2 г сухого реактива Грисса.

4. Растворы нагревают в течение 10 мин на водяной бане при температуре 60 °С, затем их охлаждают.

5. Производят фотоколориметрирование при зеленом светофильтре.

6. Записывают величины оптических плотностей исследуемого $D_{ст}$ и стандартных $D_{1ст}$ и $D_{2ст}$ растворов.

7. Содержание азота нитритов X вычисляют по формуле

$$X = \frac{C_{ст} D_{ис}}{D_{ст}}, \quad (5.2)$$

где $C_{ст}$ – концентрация азота нитратов в стандартном растворе, мг/л;

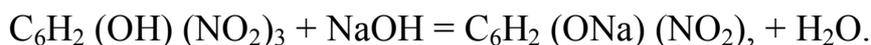
$D_{ис}$ и $D_{ст}$ – соответственно оптические плотности исследуемого и стандартного растворов.

8. Из двух определений оптических плотностей стандартных растворов рассчитывают среднее значение

Отчет о работе: представить тетрадь с рассчитанными показателями содержания азота в исследуемых водоемах.

Опыт 3. Определение содержания азота нитратов

Реактивом для этого метода служат фенолдисульфокислота, образующая с нитратами воды пикриновую кислоту $C_6H_2(OH)(NO_2)_3$. Последняя, при наличии щелочи, образует пикрат натрия $C_6H_2(ONa)(NO_2)_3$ – соединение желтого цвета, вследствие чего раствор окрашивается в желтый цвет. При этом протекают реакции:



Ход работы

1. На водяной бане в двух фарфоровых чашках выпаривают по 100 мл исследуемой воды и стандартного раствора с концентрацией, 10 мг/л азота нитратов (0,01 мг/мл).

2. К сухим остаткам в чашках приливают по 1 мл фенолдисульфокислоты и растирают стеклянными палочками. При этом в чашках образуется пикриновая кислота.

3. Спустя 10 мин в чашки прибавляют по 15 мл дистиллированной воды, по 30 мл 40 %-го раствора едкого натра и смесь тщательно перемешивают. Растворы в чашках окрашиваются в желтый цвет – образуется пикрат натрия.

4. Полученные растворы разбавляют в мерных колбах до 100 мл и определяют их оптические плотности на фотометре.

5. Содержание азота нитратов X рассчитывают по формуле (5.2).

6. Если цветность исследуемой воды больше 30 град, то воду перед определением содержания в ней нитратов очищают сульфатом алюминия.

Отчет о работе: представить тетрадь с рассчитанными показателями содержания азота нитратов в исследуемых водоемах.

5.3 Контрольные вопросы

1. В каких формах содержится азот в природных водах?
2. Сущность процессов нитрификации и денитрикации.
3. О чем говорит повышенное содержание аммонийного азота в воде?
4. Биологическая роль азота и его соединений.
5. Как подбирается цвет светофильтра в каждом опыте? По чему цвет раствора называют «дополнительным»?
6. Какие факторы влияют на погрешность измерений в проделанной работе?

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 6

Тема: *Определение дозы активированного угля, необходимого для очистки воды от фенола*

Цель работы: Определение емкости активированного угля по отношению к фенолу при различных равновесных концентрациях.

6.1 Теоретические положения

С промышленными стоками химической, нефтехимической, анилинокрасочной, коксохимической и других отраслей промышленности в воду попадают такие вредные для здоровья примеси, как анилин, фенол, нитрофенол, которые являются молекулярно-дисперсными органическими веществами, представляющими собой неэлектролиты или слабые электролиты. Хлорпроизводные этих веществ, образующиеся при хлорировании воды, даже в ничтожных концентрациях придают воде неприятный аптечный привкус и запахи, которые делают ее совершенно непригодной для питьевого и хозяйственно-бытового водоснабжения. Для удаления молекулярно-дисперсных примесей обычные методы очистки природных вод коагулянтами непригодны, так как эти примеси не адсорбируются на коллоидных гидроксидах алюминия и железа. В таких условиях наиболее рациональной является сорбционная очистка производственных сточных вод.

Адсорбция растворенных веществ – результат перехода молекулы растворенного вещества (сорбата) из раствора на поверхность твердого тела (сорбента) под действием силового поля поверхности. При этом наблюдаются два вида межмолекулярного взаимодействия: молекул растворенного вещества с молекулами (или атомами) поверхности сорбента и молекул растворенного вещества с молекулами воды в растворе (гидратация). Разность этих двух сил межмолекулярного взаимодействия и есть та сила, с которой удерживается извлеченное из раствора вещество на

поверхности сорбента. Большим преимуществом данного метода является то, что сорбенты не разрушают сорбируемые вещества, поэтому отсутствует опасность появления нежелательных продуктов деструкции.

В качестве сорбента наиболее часто применяются активированные угли, получаемые путем активации углеродсодержащих материалов (каменные угли, антрацит, торф, промышленные отходы). Активация заключается в термохимической обработке дробленого и отсортированного материала (продувание через уголь газов – углекислого газа, водяного пара – при высокой температуре), в результате чего улетучивающиеся компоненты удаляются, материал уплотняется и приобретает микропористую структуру.

Адсорбционные свойства активированных углей зависят от структуры пор, их величины и распределения по размерам. В зависимости от преобладающего размера пор активированные угли делятся на крупнопористые, мелкопористые и смешанного типа. Поры по размеру подразделяют на три вида: макропоры размером 0,1–2 мкм, переходные размером 0,004–0,1 мкм и микропоры размером менее 0,004 мкм. Макропоры и переходные поры играют роль транспортирующих каналов, а сорбционная способность активированных углей определяется микропористой структурой. Растворенные органические вещества, имеющие размеры частиц менее 0,001 мкм, заполняют объем микропор сорбента, полная емкость которых соответствует поглощающей способности сорбента.

Адсорбционной емкостью активированного угля называют количество миллимолей вещества, адсорбируемого 1 г угля. Сущность сорбционной очистки активированным углем состоит в том, что молекулярно-дисперсные органические вещества хорошо поглощаются (адсорбируются) огромной поверхностью угля, развитой при его активировании – продувании через уголь газов (углекислого газа, водяного пара) при высокой температуре.

Адсорбционной очистке активированным углем обычно подвергают довольно концентрированные сточные фенольные и анилиновые воды перед спуском их в водоемы. Дозы активированного угля, необходимые для очистки, подбирают экспериментально, так как адсорбционная емкость активированного угля (количество миллиграммов вещества, которое может адсорбировать 1 г угля) зависит от адсорбируемого вещества (адсорбата) и от адсорбента, т. е. от сырья, из которого получен уголь, и метода его активирования, обуславливающих определенную марку такого угля. Максимальную емкость угля определяют экспериментально. По экспериментальным данным строят графики, откладывая на оси ординат емкость угля (Γ , мг/г), а на оси абсцисс – концентрацию адсорбируемого вещества после адсорбции (так называемую равновесную концентрацию $C_{равн}$, мг/дм³).

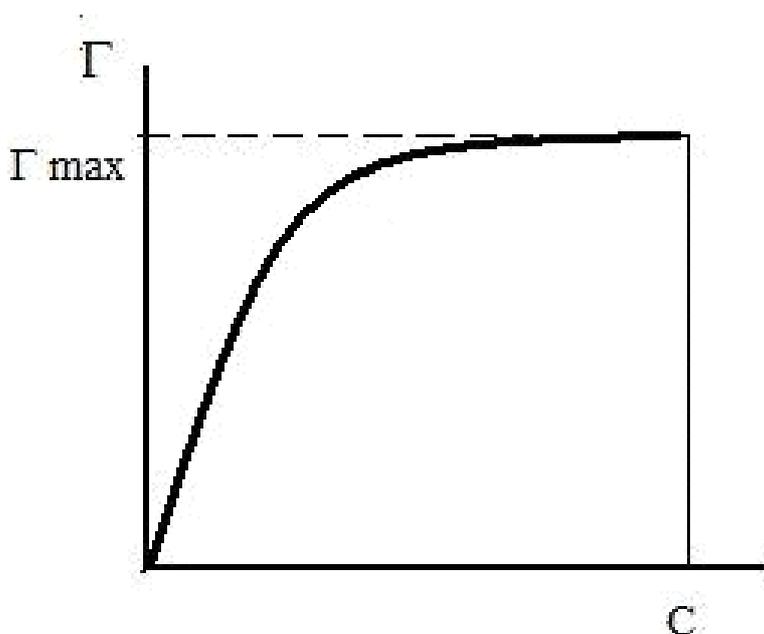


Рисунок 6.1 - Изотерма адсорбции Фрейндлиха

На рисунке 6.1 показан вид адсорбционной кривой, называемой изотермой адсорбции. Для построения изотермы адсорбции равные навески угля заливают растворами адсорбируемого вещества (адсорбата) разной концентрации, встряхивают определенное время для установления адсорбционного равновесия, затем уголь отфильтровывают и в фильтратах определяют остаточные концентрации адсорбируемого вещества. Зная исходные и остаточные концентрации адсорбируемого вещества, а также навески угля, применяемые для адсорбции, можно вычислить емкость угля. Изотерма адсорбции подчиняется уравнению, называемому уравнением Фрейндлиха:

$$\Gamma = \beta \cdot C^{\frac{1}{n}} \quad (6.1)$$

где Γ – емкость угля, моль/г;

C – равновесная концентрация, моль/дм³;

$\beta, 1/n$ – адсорбционные константы (для данного адсорбента и адсорбата).

Если прологарифмировать уравнение Фрейндлиха, то получается логарифмическое уравнение, представляющее собой уравнение прямой (рисунок 6.2):

$$\lg \Gamma = \lg \beta + \frac{1}{n} \lg C \quad (6.2)$$

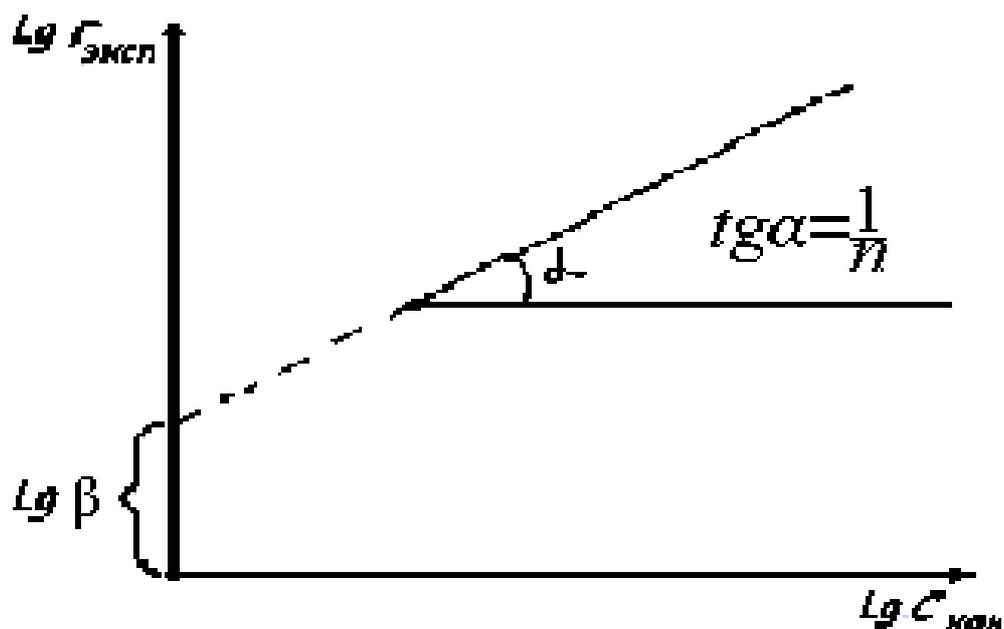


Рисунок 6.2 - Изотерма адсорбции в логарифмических координатах

Из данных, представленных на рисунке 6.2, можно найти адсорбционные константы:

$\lg \beta$ – отрезок, отсекаемый на оси ординат;

$1/n$ – тангенс угла наклона прямой $\text{tg} \alpha$.

Адсорбционные константы позволяют количественно охарактеризовать весь процесс адсорбции исследуемого вещества. Процесс сорбции может осуществляться в статических условиях, при которых частица жидкости не перемещается относительно частицы сорбента, т. е. движется вместе с последней (аппараты с перемешивающими устройствами), а также в динамических условиях, при которых частица жидкости перемещается относительно сорбента (фильтры, аппараты с псевдооживленным слоем). В соответствии с этим различают статическую и динамическую активность сорбента.

Статическая активность сорбента характеризуется максимальным количеством вещества, поглощенного единицей объема или массы сорбента к моменту достижения равновесия при постоянных температуре жидкости и начальной концентрации вещества. Динамическая активность сорбента характеризуется максимальным количеством вещества, поглощенного единицей объема или массы сорбента до момента появления сорбируемого вещества в фильтрате при пропуске сточной воды через слой сорбента. Сорбция – процесс обратимый, т. е. адсорбированное вещество (сорбат) может переходить с сорбента обратно в раствор. При прочих равных условиях скорости протекания прямого (сорбция) и обратного (десорбция) процессов пропорциональны концентрации вещества в растворе и на поверхности сорбента. Поэтому в первые моменты сорбции, т. е. при максимальной концентрации вещества в растворе, скорость сорбции также максимальна. По мере повышения концентрации растворенного вещества на

поверхности сорбента увеличивается число сорбированных молекул, переходящих обратно в раствор. С момента, когда количество сорбируемых из раствора (в единицу времени) молекул становится равным количеству молекул, переходящих с поверхности сорбента в раствор, концентрация раствора становится постоянной. Эта концентрация называется равновесной. Если после достижения адсорбционного равновесия несколько повысить концентрацию обрабатываемого раствора, то сорбент сможет извлечь из него еще некоторое количество растворенного вещества. Но нарушаемое таким образом равновесие будет восстанавливаться лишь до полного использования сорбционной емкости данного сорбента, после чего повышение концентрации вещества в растворе не изменяет величины адсорбции.

6.2 Экспериментальная часть

Первоначально изучают теоретические положения, касающиеся проведения очистки воды адсорбционным методом. На первом этапе практической части работы равные навески угля заливают растворами фенола разной концентрации, встряхивают определенное время для установления адсорбционного равновесия, затем уголь отфильтровывают и в фильтратах определяют остаточные концентрации фенола. На основании полученных результатов строят изотермы адсорбции в обычном и логарифмическом виде и рассчитывают адсорбционные константы. Полученные экспериментальные данные представляют в виде таблицы. На основании полученных данных делают вывод.

Определение дозы активированного угля, необходимого для очистки воды от фенола

Фенол, или карболовая кислота, – это производное бензола у которого один атом водорода замещен гидроксильной группой. В обычных условиях фенол представляет собой кристаллическое вещество с сильным запахом. Химическая формула фенола представлена на рисунке 6.3.

phenol

C_6H_5OH

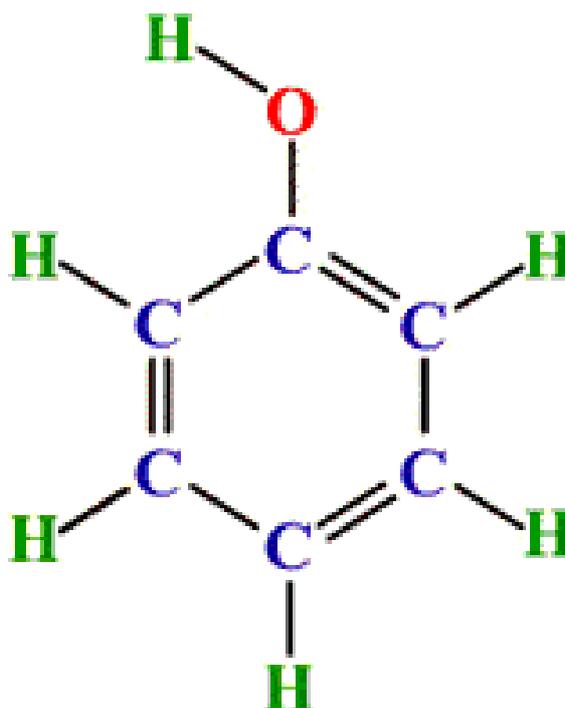
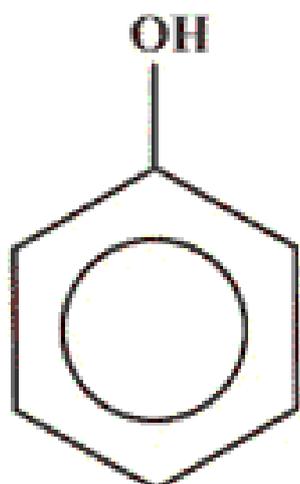
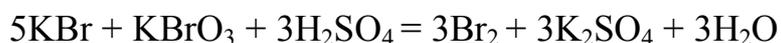


Рисунок 6.3 - Формула фенола

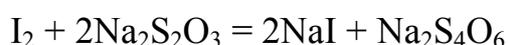
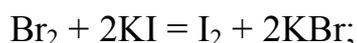
Для определения концентрации фенола в воде применяют бромид-броматный метод, основанный на бромировании фенола и определении оставшегося после бромирования избыточного брома. При бромировании фенола протекает реакция:



Образуется трибромфенол – осадок белого цвета. Бромирование проводят бромид-броматным раствором, состоящим из смеси растворов бромида калия KBr и гипобромата калия $KBrO_3$. В кислой среде в присутствии серной кислоты эта смесь выделяет бром:



Для определения избыточного непрореагировавшего брома к раствору прибавляют йодид калия, который титруют тиосульфатом натрия:



Обработка воды, содержащей фенол, активированным углем

Посуда и материалы:

1. колба коническая с притертым горлом объемом 250 см^3 – 6 шт.;
2. резиновая пробка – 6 шт.;
3. цилиндр объемом 200 см^3 – 1 шт.;
4. фильтровальная бумага.

Реактивы:

1. растворы фенола концентраций 100, 200, 400, 600, 800, 1000 мг/дм^3 – 200 см^3 ;
2. активированный уголь – 3 г.

Техника определения

В шесть плоскодонных колб вместимостью 250 см^3 отвешивают навески активированного угля массой 0,5 г. Затем цилиндром приливают в колбы по 200 см^3 растворов фенола концентраций, представленных в таблице 6.1.

Таблица 6.1 - Концентрации растворов фенола

Номер колбы	1	2	3	4	5	6
Концентрация фенола, мг/дм^3	100	200	400	600	800	1000
Концентрация фенола, моль/дм^3	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0

Колбы с навесками угля и растворами фенола плотно закрывают пробками и энергично встряхивают в течение 1 часа. Затем уголь отфильтровывают и в фильтратах определяют равновесные концентрации фенола.

Определение равновесной концентрации фенола

Приборы и оборудование: бюретка для титрования.

Посуда и материалы:

1. колба коническая объемом 250 см^3 – 1 шт.;
2. колба коническая объемом 100 см^3 – 1 шт.;
3. пипетки на 10; 25; 50; 100 см^3 – 4 шт.
- 4.

Реактивы:

1. раствор бромид-броматного концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$ – 60 см^3 ;
2. раствор серной кислоты (1:3) – 60 см^3 ;
3. йодид калия – 6 г;
4. 0,5%-й раствор крахмала (индикатор) – 6 см^3 ;
5. раствор тиосульфата натрия концентрации $0,1 \text{ моль/дм}^3$.

В конические колбы отбирают объемы фильтрата в количествах, представленных в таблице 6.2.

Таблица 6.2 - Объемы фильтрата, необходимые для определения равновесной концентрации фенола

Номер колбы	1	2	3	4	5	6
Объем раствора, взятый для определения равновесной концентрации фенола, см ³	100	50	50	25	10	10

Затем во все колбы приливают по 10 см³ бромид-броматного раствора концентрации 0,1 моль/дм³ и по 10 см³ раствора серной кислоты (1:3), закрывают колбы пробками и оставляют на 10 минут. За это время происходит бромирование фенола и образующийся трибромфенол выпадает в виде белого осадка.

Для определения количества непрореагировавшего брома в колбы прибавляют по 1 г йодида калия, закрывают пробками и оставляют на 3–5 минут. Выделившийся йод титруют из микробюретки раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до появления светло-желтой окраски. Далее прибавляют 1 см³ 0,5%-го раствора крахмала. Затем полученный раствор титруют раствором тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³ до обесцвечивания раствора.

Вычисление результатов

Равновесные концентрации фенола рассчитывают по формуле (6.3):

$$C = \frac{(V - V_1) \cdot N \cdot \text{Э} \cdot 1000}{V_2 \cdot M} \quad (6.3)$$

где C – равновесная концентрация фенола, моль/дм³;

V – объем бромид-броматного раствора, см³;

V_1 – объем раствора тиосульфата натрия концентрации 0,1 моль/дм³, израсходованный на титрование, см³;

N – нормальность раствора тиосульфата (0,1 н.);

Э – молярная масса эквивалента фенола ($\text{Э} = M/6 = 15,67$ г/моль, где M – молярная масса фенола);

V_2 – объем исследуемого раствора, взятый для определения, см³.

Количество фенола, адсорбированного 1 г угля, рассчитывают по формуле (6.4):

$$\Gamma = \frac{(C_0 - C) \cdot V_3}{1000 \cdot m} \quad (6.4)$$

где Γ – количество фенола, адсорбированного 1 г угля, ммоль/г;
 C_0 – исходная концентрация фенола, моль/дм³;
 V_3 – объем раствора фенола, прилитый к навеске угля, см³;
 m – масса навески угля, г.

Результаты эксперимента сводят в таблицу 6.3.

Таблица 6.3 - Результаты эксперимента

№ колбы	Навеска угля, г	Исходная концентрация фенола, моль/дм ³	Объем фильтра, см ³	Объем бромидного раствора, см ³	Объем раствора тиосульфата натрия, см ³	Равновесная концентрация фенола, моль/дм ³	Количество фенола, адсорбированного 1 г угля, моль/г	lg Γ	lgC	β	1/n
1											
2											
3											
4											
5											

Зная адсорбционные емкости угля при различных концентрациях фенола, строят изотерму адсорбции в обычном и логарифмическом виде и рассчитывают адсорбционные константы.

6.3 Контрольные вопросы

1. Что представляет собой процесс адсорбции?
2. Какие силы удерживают растворенные вещества на поверхности сорбента?
3. Классификация пор активированного угля.
4. Как осуществляется подбор дозы активированного угля?
5. Понятие емкости активированного угля, способ ее определения.
6. Как осуществляется построение изотермы адсорбции?
7. Что представляет собой уравнение Фрейндлиха в простой и логарифмической форме?
8. Что представляют собой статические и динамические условия процесса адсорбции?
9. Что представляет собой адсорбционное равновесие?
10. Фенол: химическая формула, определение равновесной концентрации.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 7

Тема: Анализ почв на содержание ионов тяжелых металлов

Цель работы: научиться брать пробы почв для анализа, приготавливать почвенную вытяжку; провести анализ природных почв на содержание солей тяжелых металлов.

7.1 Теоретические сведения

В нормальных естественных условиях все процессы, происходящие в почве, находятся в равновесии. Но нередко в нарушении равновесного состояния почвы повинен человек. В результате развития хозяйственной деятельности человека происходит загрязнение, изменение состава почвы и даже ее уничтожение. В настоящее время на каждого жителя нашей планеты приходится менее одного гектара пахотной земли. И эти незначительные площади продолжают сокращаться из-за неумелой хозяйственной деятельности человека.

Громадные площади плодородных земель погибают при горнопромышленных работах, при строительстве предприятий и городов. Уничтожение лесов и естественного травянистого покрова, многократная распашка земли без соблюдения правил агротехники приводит к возникновению эрозии почвы - разрушению и смыву плодородного слоя водой и ветром. Эрозия в настоящее время стала всемирным злом. Подсчитано, что только за последнее столетие в результате водной и ветровой эрозий на планете потеряно 2 млрд га плодородных земель активного сельскохозяйственного пользования.

Одним из последствий усиления производственной деятельности человека является интенсивное загрязнение почвенного покрова. В роли основных загрязнителей почв выступают металлы и их соединения, радиоактивные элементы, а также удобрения и ядохимикаты, применяемые в сельском хозяйстве.

К наиболее опасным загрязнителям почв относят ртуть и ее соединения. Ртуть поступает в окружающую среду с ядохимикатами, с отходами промышленных предприятий, содержащими металлическую ртуть и различные ее соединения.

Еще более массовый и опасный характер носит загрязнение почв свинцом. Известно, что при выплавке одной тонны свинца в окружающую среду с отходами выбрасывается его до 25 кг. Соединения свинца используются в качестве добавок к бензину, поэтому автотранспорт является серьезным источником свинцового загрязнения. Особенно много свинца в почвах вдоль крупных автострад.

Вблизи крупных центров черной и цветной металлургии почвы загрязнены железом, медью, цинком, марганцем, никелем, алюминием и другими металлами. Во многих местах их концентрация в десятки раз превышает ПДК.

Радиоактивные элементы могут попадать в почву и накапливаться в ней в результате выпадения осадков от атомных взрывов или при удалении жидких и твердых отходов промышленных предприятий, АЭС или научно-исследовательских учреждений, связанных с изучением и использованием атомной энергии. Радиоактивные вещества из почв попадают в растения, затем в организмы животных и человека, накапливаются в них.

Значительное влияние на химический состав почв оказывает современное сельское хозяйство, широко использующее удобрения и различные химические вещества для борьбы с вредителями, сорняками и болезнями растений. В настоящее время количество веществ, вовлекаемых в круговорот в процессе сельскохозяйственной деятельности, примерно такое же, что и в процессе промышленного производства. При этом с каждым годом производство и применение удобрений и ядохимикатов в сельском хозяйстве возрастает. Неумелое и бесконтрольное использование их приводит к нарушению круговорота веществ в биосфере.

Особую опасность представляют стойкие органические соединения, применяемые в качестве ядохимикатов. Они накапливаются в почве, в воде, донных отложениях водоемов. Но самое главное - они включаются в экологические пищевые цепи, переходят из почвы и воды в растения, затем в животных, а в конечном итоге попадают с пищей в организм человека.

В городах с развитой металлургической, горнодобывающей, цементной промышленностью, транспортной сетью возрастает опасность загрязнения почв ионами тяжелых металлов (металлы и полуметаллы с значительным атомным весом и плотностью). Однажды попав в биохимический цикл, они крайне редко и медленно выводятся из него.

Даже в ничтожных концентрациях тяжелые металлы ядовиты, но свое токсическое действие они проявляют только в виде ионов (в подвижной форме). Тяжелые металлы опасны тем, что обладают способностью накапливаться в организме, включаясь в обменные процессы, образовывать высокотоксичные металлоорганические соединения, которые не подвергаются биологическому разложению. Эти вещества вызывают токсикоз, аллергию, онкологические заболевания, оказывают мутагенное действие на зародыш.

Среди данных металлов выделяют токсичные – свинец, кадмий и ртуть. Они не имеют полезной роли в биологических процессах. Другие металлы – медь, марганец, цинк, хром, кобальт, железо необходимы организму в мизерных количествах, но в больших количествах тоже становятся опасными для организма. Всего выделяют более 40 тяжелых металлов. Их принято подразделять на классы опасности по убыванию токсичности:

1 класс опасности: мышьяк, кадмий, ртуть, бериллий, селен, свинец, цинк;

2 класс опасности: кобальт, хром, медь, молибден, никель, сурьма;

3 класс опасности: ванадий, барий, вольфрам, марганец, стронций, железо.

Определение тяжелых металлов в почвах и водах основано на их способности образовывать окрашенные комплексные соли – метод комплексонометрии. Комплексонометрия используется как в качественном, так и в количественном анализе.

7.2 Экспериментальная часть

Отбор и подготовка проб почвы (проводится заблаговременно, время зависит от места забора проб)

Пробы почв берут заблаговременно из различных мест, нумеруя взятые образцы. Работа может проводиться индивидуально или группой студентов. Далее пробы почвы подготавливают: отбирают инородные включения, камни, сушат, разминают и (желательно) просеивают через сито с ячейкой 2 мм или дуршлаг.

Точечные пробы отбирают на пробной площадке из одного или нескольких слоев (горизонтов) почвы методом конверта, По диагонали с таким расчетом, чтобы каждая проба представляла собой часть почвы, типичной для генетических горизонтов данного типа почвы. Количество точечных проб должно соответствовать ГОСТ 17.4.3.01-83.

Объединенную пробу составляют путем смешивания точечных проб, отобранных на одной пробной площадке. Для химического анализа объединенную пробу составляют не менее, чем из пяти точечных проб. Масса объединенной пробы должна составлять не менее 1 кг. Для контроля загрязнения поверхностно распределяющимися веществами – нефть, нефтепродукты, тяжелые металлы – точечные пробы отбираются и смешиваются послойно с глубины 0-5 см и 5-20 см массой не более 200 г каждая.

При отборе и смешивании проб должна быть исключена возможность их вторичного загрязнения.

При отборе пробы почвы с загрязнениями с выделенного участка полезно отметить особенности расположения участка (наличие свалок мусора, автострады, пониженности рельефа и т.д.) для заключений о зависимости кислотности почвы от различных факторов.

Высушивание почвы на воздухе проводится в кювете или на поддоне в течение 1-2 суток в зависимости от температуры в помещении (по ГОСТ 5180-75). Воздушно-сухие пробы хранят в матерчатых мешочках, картонных коробках или в стеклянной таре.

Приготовление раствора хлорида калия для почвенной вытяжки

Для работы требуется не более 500 мл раствора хлорида калия с концентрацией 1 г-моль/л (1н). 74,5 г KCl (1 г-моль) содержится в 1 литре раствора, в 500 мл - 37,25 г.

На технических весах взвешивают 37.25 г хлорида калия, вносят его в мерную колбу на 500мл. В колбу наливают на $\frac{1}{2}$ ее объема дистиллированную либо чистую кипяченую воду, перемешивают содержимое до растворения соли, наливают воду до метки.

Приготовление почвенной вытяжки

Оборудование: воронка стеклянная, палочка стеклянная, стакан на 50 мл, фильтр бумажный, цилиндр мерный на 50 мл, весы электронные, стакан на 200 мл, штатив с кольцом, кювета, сушильный шкаф.

Реактивы: раствор хлорида калия (1,0 н.), чистая вода, образец почвы.

Ход работы:

1. Высушите отобранный образец почвы в сушильном шкафу или на воздухе, расположив почву в кювете слоем толщиной не более 2 см.

Примечание. Образец почвы необходимо предварительно подготовить; отобрать инородные включения, камни и т.п. Почва для анализа должна быть рассыпчатой.

2. Взвесьте пустой чистый стакан на 200 мл. В стакан поместите высушенную почву на 1/3 высоты и снова взвесьте его, определив массу почвы (m) в граммах.

3. Добавьте к почве раствор хлорида калия в количестве 5 мл раствора на 2 г почвы, приготовив тем самым солевую вытяжку. Объем раствора хлорида калия отмерьте с помощью цилиндра.

4. Перемешивайте содержимое стакана в течение 3-5 мин. с помощью стеклянной палочки или магнитной мешалки.

5. Отфильтруйте содержимое стакана через бумажный фильтр, собирая готовую вытяжку в стакан на 50 мл. Обратите внимание на ее внешний вид (цвет, мутность). Вытяжка должна быть однородной и не содержать частиц почвы.

Примечание. Первые несколько миллилитров фильтрата необходимо отбросить, т.к. они собирают загрязнения с фильтра.

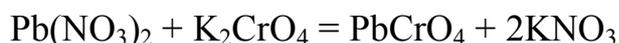
6. Аналогично приготовьте водную вытяжку, используя вместо раствора хлорида калия чистую воду, в соотношении 5мл воды на 1 г почвы.

7. Солевую вытяжку используют для определения кислотности почвы, а водную вытяжку – для определения засоленности почвы и содержания тяжелых металлов.

Обнаружение соединений тяжелых металлов (свинца, меди, железа, марганца) в почвах

Обнаружение ионов свинца

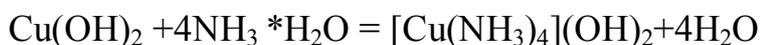
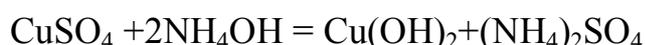
Обнаружение происходит на основании качественной цветной реакции: хромат и дихромат ионы дают с ионами свинца малорастворимый хромат свинца желтого цвета:



Упарить водную почвенную вытяжку в объеме 40 мл до объема 1 мл. К полученной пробе прилить 1 мл раствора азотной кислоты (1:2). Нагреть на водяной бане 10 минут, отфильтровать и выпарить в фарфоровой чашке. К сухому остатку прилить 1 мл 0,5% раствора дихромата калия и 4 мл дистиллированной воды. Раствор перемешать и отфильтровать в пробирку. Появление желтого осадка на фильтре указывает на наличие ионов свинца в почве.

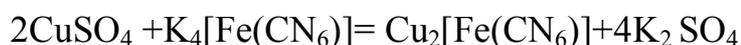
Обнаружение ионов меди

Ионы меди вступают в реакцию с раствором аммиака с получением характерного комплексного соединения лазурно-синей окраски:



В фарфоровую чашку поместить 3-5 мл почвенной вытяжки, осторожно выпарить досуха и на периферийную часть пятна нанести каплю концентрированного раствора аммиака. Появление характерной окраски указывает на наличие ионов меди в почве.

Можно использовать для обнаружения меди желтую кровяную соль. Она дает с ионами меди красно-бурый комплекс:

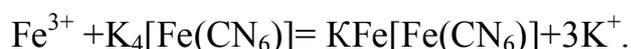


Обнаружение ионов железа

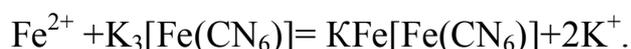
В пробирку помещают 10 мл исследуемой вытяжки, прибавляют 1 каплю концентрированной азотной кислоты, несколько капель свежеприготовленного раствора пероксида водорода и 0,5 мл раствора роданида калия. При содержании железа в пробе появляется розовое окрашивание:



Обнаружение ионов железа(III) проводят с помощью желтой кровяной соли. В результате выпадает темно-синий осадок берлинской лазури ($\text{KFe}[\text{Fe}(\text{CN}_6)]$). Реакция может протекать медленно, пробирку с раствором можно оставить на сутки. К 1 мл исследуемой вытяжки добавить 10 капель раствора серной кислоты и 10 капель желтой кровяной соли (гексацианоферрат (II) калия):

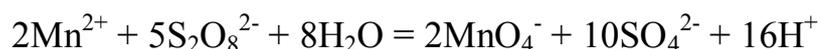


Обнаружение ионов железа(II) проводят с помощью красной кровяной соли (гексацианоферрат (III) калия). В результате выпадает темно-синий осадок берлинской лазури ($KFe[Fe(CN_6)]$). Обратите внимание – продуктом является такой же осадок, как и в предыдущем опыте! Реакция может протекать медленно, пробирку с раствором можно оставить на сутки. К 1 мл исследуемой вытяжки добавить 10 капель раствора серной кислоты и 10 капель красной кровяной соли ($K_3[Fe(CN_6)]$):



Обнаружение ионов марганца

Ионы марганца окисляясь до перманганат-иона дают фиолетовое окрашивание (как в марганцовке). Для этого в колбу помещают 25 мл исследуемой почвенной вытяжки, подкислят 5 каплями 25% азотной кислоты, по каплям добавляют 2% раствор нитрата серебра до тех пор, пока продолжается помутнение. Затем вводят 0,5 г персульфата аммония и нагревают на водяной бане до кипения. Розовое или светло-фиолетовое окрашивание говорит о наличии в пробе ионов марганца:



Результаты экспериментальной работы представьте в виде сводной таблицы.

Таблица 7.1 - Результаты исследования почв на содержание тяжелых металлов

Номер пробы	Место отбора пробы	Глубина почвенного слоя	Pb ²⁺	Cu ²⁺	Fe ²⁺	Fe ³⁺	Mn ²⁺	Причина загрязнения

7.3 Контрольные вопросы

1. Назовите основные загрязнители почв. Какие из них Вы считаете наиболее опасными для нашего города?
2. Какую роль играют ионы тяжелых металлов в природе и в организме человека?
3. Какие металлы называют токсичными?
4. Какие основные источники выбросов, содержащих тяжелые металлы, существуют в нашем городе и области?

5. В чем сущность калориметрического метода определения тяжелых металлов. Напишите уравнения соответствующих реакций.

6. Можете ли Вы предложить способ количественного определения содержания солей тяжелых металлов методом калориметрии.

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА №8

Тема: Применение полевых методов экспресс – анализа природных вод и почвенной вытяжки

Цель работы: провести экспресс-определение некоторых показателей качества природных вод и почв в полевых условиях, оценить экологическое состояние природных объектов.

8.1 Теоретические сведения

Важнейшим показателем качества воды является уровень кислотности. Кислотность воды определяется значением водородного показателя (рН), который для природных вод обычно имеет значения от 6,5 до 8,5. Изменения рН воды водоема обычно могут вызвать загрязнения воздуха кислотными примесями (оксидами серы и азота, оксидом углерода (IV) и др.), которые «вымываются» дождями и попадают в водоем. Изменения рН могут вызвать также загрязнения водоема промышленными сточными водами, которые не прошли нейтрализацию. Кислотность природной воды может определяться также характером почвогрунтов, ландшафта в котором расположен водоем. Изменение рН природной воды сверх допустимых пределов (более 8,5 и менее 6,5) создает среду, непригодную для большинства водных организмов, особенно простейших.

Качество природной воды в значительной степени определяется концентрацией растворенных в ней минеральных солей. Можно выделить два больших класса минеральных солей, которые встречаются в природе в значительных концентрациях (таблица 8.1).

Основной вклад в общее солесодержание вносят соли 1-го класса, которые следует определять в первую очередь. Соли 2-го класса также необходимо учитывать при оценке качества воды, т.к. на каждую из них установлено значение ПДК, хотя они вносят незначительный вклад в общее солесодержание природных вод. Концентрация растворенных в воде минеральных солей определяется методами аналитической химии.

Таблица 8.1. - Основные компоненты, создающие минерализацию питьевой и природной воды*

Компонент минерального состава воды	Предельно допустимая концентрация (ПДК)
1-й класс	
• Катионы	
Кальций (Ca^{2+})	200 мг/л
Натрий (Na^+)	200 мг/л
Магний (Mg^{2+})	100 мг/л
• Анионы:	
Гидрокарбонат (HCO_3^-)	1000 мг/л
Сульфат (SO_4^{2-})	500 мг/л
Хлорид (Cl^-)	350 мг/л
Карбонат (CO_3^-)	100 мг/л
Нитрат (NO_3^-)	45 мг/л
	200 мг/л 200 мг/л
2-й класс	
• Катионы:	
Аммоний (NH_4^+)	2,5 мг/л
Железо общее (сумма Fe^{2+} и Fe^{3+})	0,3 мг/л
Металлы	0,001 ммоль/л
• Анионы	
Фосфат (PO_4^{3-})	3,5 мг/л
Нитрат (NO_3^-)	0,1 мг/л

* ПДК приведены для воды поверхностных источников хозяйственно-питьевого назначения.

В первую очередь нарушенный минеральный состав воды сказывается на жизнедеятельности простейших (клеточных) организмов, т.к. растворенные соли и определяют обмен веществ клеток с окружающей средой и являются строительным материалом для элементов живой клетки. Повышенная концентрация солей в воде пагубно сказывается на минеральном составе окружающей водоем почвы, вызывая ее засоление, как в процессе впитывания воды почвой, так и при орошении такой водой сельскохозяйственных полей.

Источниками обогащения природной воды минеральными солями, приводящего к нарушению природного солевого равновесия в воде, являются:

- ливневые и талые воды с посыпаемых солями зимой улиц городов и дорог;
- поверхностные дождевые воды с полей, газонов после применения на них минеральных удобрений, а так же грунтовые воды;
- неочищенные сточные воды, рассолы, сбрасываемые промышленными предприятиями, и др.

Повышенная концентрация солей ухудшает вкус питьевой воды. При концентрациях солей, превышающих соответствующие ПДК, вода становится непригодной для питья и использования на хозяйственные нужды.

Значение рН является также определяющим показателем для характеристики качества почв, их пригодности для сельскохозяйственного использования.

Кислотность почвы – важный экологический фактор, определяющий условия жизнедеятельности почвенных организмов и высших растений, а также аккумуляцию и подвижность загрязнителей в почве (в первую очередь металлов). При высокой кислотности угнетается рост и развитие многих сельскохозяйственных культур, подавляется жизнедеятельность микроорганизмов. При высокой кислотности почвы необходимо проводить ее известкование, так как в кислой среде переходят в подвижные формы многие тяжелые металлы, почвы становятся токсичными.

Кислотность почвы определяют, измеряя величину рН солевой вытяжки. В зависимости от величины рН почва может быть кислой, нейтральной или щелочной:

- рН=4 и менее - сильнокислая;
- рН=5 – кислая;
- рН=6 – слабокислая;
- рН=7 – нейтральная;
- рН=8 и более – щелочная.

Засоленность почвы характеризуется повышенным содержанием легкорастворимых минеральных солей, что неблагоприятно сказывается на физических и химических свойствах почвы и создает неблагоприятные условия для развития и роста многих растений. Сильнозасоленные почвы обычно непригодны для выращивания сельскохозяйственных культур. У растений, произрастающих на засоленных почвах, задерживается набухание семян, цветение, рост, снижается урожайность. При больших концентрациях солей наступает гибель растений. Наиболее вредное влияние оказывают карбонаты, хлориды и сульфаты натрия и калия.

Концентрации легкорастворимых солей определяют в водной вытяжке, проводя ее химический анализ. При выявлении сильного засоления почв сельскохозяйственных угодий необходимо проводить специальные гидромелиоративные мероприятия (орошение, дренаж, промывка).

8.2 Экспериментальная часть

Отбор проб для анализа

На правильность полученных результатов анализов влияет способ отбора пробы воды и условия ее хранения. Проба должна быть отобрана в чистую стеклянную или пластмассовую бутылку объемом не менее 0,5 л (в бутылку должно остаться не более 5-10 мл воздуха); пробы следует анализировать в течение нескольких часов после отбора либо хранить в холодильнике.

Очень удобным объектом для изучения минерального состава воды являются бутилированные питьевые и минеральные воды, имеющие этикетки с указанием концентраций растворенных солей.

Взятие проб дождевой воды. Для сбора дождевой воды используйте прибор для сбора жидких осадков -дождемер.

Взятие проб снега. Падающий снег соберите в чистую эмалированную кастрюлю или ведро, а затем дайте ему оттаять.

Подготовка пробы льда для анализа. Кусочки льда положите на чистую ткань и зачистите со всех сторон ножом или скальпелем. Полученные чистые кусочки льда поместите в стакан на 250 мл и оставьте на 5-10 минут. Слейте талую воду, сполосните кусочки льда дистиллированной водой, а затем перенесите их во 2-й стакан и дайте льду окончательно оттаять при комнатной температуре. Полученную талую воду используйте для анализа.

Опыт № 1. Определение водородного показателя (рН) воды

Цель работы: изучение кислотности воды в водоеме как фактора, характеризующего экологическое состояние водоема и качество воды водоисточника.

Оборудование: тест-комплект «рН», в том числе: контрольная шкала образцов окраски растворов для определения рН (рН 4,5; 5,0; 5,5; 6,0; 6,5; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5), пипетка-капельница (0,10 мл), пробирки колориметрические с меткой «5 мл».

Реактивы и материалы: раствор универсального индикатора; пробы воды для анализа.

Ход работы

- Колориметрическую пробирку сполосните несколько раз анализируемой водой. В пробирку налейте до метки пробу анализируемой воды (5 мл).

- Добавьте пипеткой-капельницей 3-4 капли (около 0,10 мл) раствора универсального индикатора и встряхните пробирку.

- Окраску раствора сразу же сравните с контрольной шкалой, выбирая ближайший по характеру окраски образец шкалы. Окраску наблюдайте сверху через открытое отверстие пробирки на белом фоне при достаточном освещении.

Занесите полученные результаты в таблицу 8.3. Проанализируйте полученные результаты и сделайте вывод об экологическом состоянии водоема (качестве воды источника).

Опыт №2. Количественное определение хлоридов в воде и почвенной вытяжке

Цель работы: изучение хлоридов как естественных компонентов воды и почвы с использованием метода их количественного определения.

Выполняется с помощью тест-комплекта «Хлориды».

Оборудование: тест комплект «Хлориды», в том числе: пипетка на 2 мл или на 5 мл с резиновой грушей (медицинским шприцем) и соединительной трубкой, пипетка-капельница, склянка с меткой «10 мл» с пробкой.

Реактивы: раствор нитрата серебра (0,05 моль/л) титрованный, раствор хромата калия (10%). Почвенная вытяжка или проба воды.

Ход работы:

1. В склянку налейте 10 мл анализируемой воды или почвенной вытяжки.
2. Добавьте в склянку пипеткой 3 капли раствора хромата калия.
3. Герметично закройте склянку пробкой и встряхните, чтобы перемешать содержимое.
4. Постепенно титруйте содержимое склянки раствором нитрата серебра при перемешивании до появления не исчезающей бурой окраски. Определите объем раствора, израсходованный на титрование ($V_{\text{хл}}$, мл).
5. Рассчитайте массовую концентрацию хлорид-аниона ($C_{\text{хл}}$, мг/л) по формуле 8.1:

$$C_{\text{хл}} = \frac{V_{\text{хл}} \cdot C_{\text{НС}} \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_{\text{а}}} \quad (8.1)$$

где: $C_{\text{НС}}$ - молярная концентрация раствора нитрата серебра (0,05 моль/л);
35,5 - эквивалентная масса хлорид-аниона;
1000 – коэффициент пересчета единиц измерений из г/л в мг/л;
 $V_{\text{а}}$ - объем пробы. Взятый на анализ (10 мл).

Результат округлите до целых чисел. Зафиксируйте результаты экспериментов в таблице 8.3.

Опыт №3. Количественное определение сульфатов в воде и почвенной вытяжке

Цель работы: изучение сульфатов, как естественных компонентов воды и почвы с использованием метода их количественного определения.

Выполняется с помощью тест-комплекта «Сульфаты».

Оборудование: тест комплект «Сульфаты», в том числе: мутномер, шприц на 10мл, пипетка-капельница, пробирки мутномерные с рисунком-точкой на дне и резиновым кольцом-фиксатором, пробка для мутномерной пробирки, соединительная трубка.

Реактивы: раствор нитрата бария(насыщенный), раствор соляной кислоты. Почвенная вытяжка или пробы воды.

Ход работы:

1. Поместите в отверстие мутномера две пробирки с рисунком на дне. В одну из пробирок налейте анализируемую воду или почвенную вытяжку до высоты 100 мм.

2. Добавьте к содержимому пробирки пипетками 2 капли раствора соляной кислоты и 14-15 капель раствора нитрата бария.

3. Соблюдайте осторожность: нитрат бария токсичен!

4. Герметично закройте пробирку пробкой и встряхните, чтобы перемешать содержимое.

5. Пробирку с раствором оставьте на 5-7 минут для образования белого осадка или суспензии.

6. Закрытую пробирку снова встряхните, чтобы перемешать содержимое.

7. Пипеткой переносите образовавшуюся суспензию во вторую (пустую) пробирку до тех пор, пока в первой пробирке не появится изображение точки на дне. Измерьте высоту столба суспензии в первой пробирке (h_1 , мм). Наблюдение проводите, как показано на рисунке, направляя свет на вращающийся экран мутномера, установленный под углом 45° .

8. Продолжайте переносить суспензию во вторую пробирку до тех пор, пока в ней не скроется изображение рисунка. Измерьте высоту столба суспензии во второй пробирке (h_2 , мм).

9. Рассчитайте среднее арифметическое значение высоты столба суспензии (h) по формуле 8.2:

$$h = \frac{h_1 + h_2}{2} \quad (8.2)$$

10. Определите концентрацию сульфат-аниона в мг/л по таблице 8.2.

11. Зафиксируйте результаты экспериментов в таблице 8.3.

Таблица 8.2 - Определение концентрации сульфат-аниона по мутности раствора

Высота столба суспензии (h), мм	Массовая концентрация сульфат-аниона, мг/л
100	33
95	35
90	38
85	40
80	42
75	45
70	47
65	50
60	53
55	56
50	59
45	64
40	72

Опыт № 4. Количественное определение общей жесткости в воде и почвенной вытяжке

Цель работы: изучение общей жесткости, как естественного параметра воды и почвы с использованием метода количественного определения.

Выполняется с помощью тест-комплекта «Общая жесткость».

Оборудование: тест комплект «Общая жесткость», в том числе: склянка для титрования с пробкой, пипетка-капельница в футляре.

Реактивы: раствор титранта, пробы воды или почвенной вытяжки.

Ход работы:

1. Мерную склянку ополосните несколько раз анализируемой водой. В склянку налейте до метки анализируемую воду (5 мл).

2. Определите величину общей жесткости воды в пробе в моль/л в зависимости от объема пробы и количества капель раствора титранта. Добавляйте пипеткой-капельницей к пробе раствор титранта по каплям. Содержимое склянки перемешивайте осторожным встряхиванием. Обратите внимание на цвет раствора после добавления первых капель титранта (розовый), расположив его на белом фоне при достаточной освещенности.

3. Добавляйте раствор титранта постепенно, непрерывно перемешивая содержимое пробирки встряхиванием, до изменения цвета раствора (от розового до сиренево-синего). Вблизи точки эквивалентности после добавления очередной капли наблюдайте за изменением окраски раствора не менее 10-20 секунд. Для уточнения количества капель раствора титранта, израсходованных на титрование, анализ рекомендуется повторить. 1 капля раствора титранта соответствует 1,0 ммоль/л (при объеме пробы 5 мл)

4. Зафиксируйте результаты экспериментов в таблице 8.3.

Таблица 8.3 - Результаты экспериментальной работы

№ пробы	Тип водоема или почвы; место и способ отбора пробы	pH пробы	содержание сульфатов, мг/л	содержание хлоридов, мг/л	общая жесткость, моль/л
1					
2					
3					
4					

8.3 Контрольные вопросы

1. Какие показатели качества природных вод и почвы можно определить с помощью полевых методов анализа?

2. Какие требования необходимо соблюдать при отборе проб воды, почв, льда и снега?
3. Что такое водородный показатель среды? Как влияет закисленность почв и вод на живые организмы?
4. Какие соли определяют засоленность почвы? Как снизить засоленность почв?
5. Какие антропогенные и техногенные факторы могут привести к снижению рН природных вод?
6. Какую биологическую роль выполняют хлорид-ионы в организме человека?

Список литературы

1. ГОСТ 6709-72. Вода дистиллированная. Технические условия.
2. ГОСТ 2874-84. Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством.
3. ГОСТ 2874-82. Вода питьевая. Методы анализа. - М.: Изд-во стандартов, 1984.
4. ГОСТ 4011-72. Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа
5. ГОСТ 3351-74. Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности.
6. ГОСТ 4151-72. Вода питьевая. Методы определения общей жесткости.
7. ГОСТ 4388-72. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации меди.
8. ГОСТ 4974-72. Вода питьевая. Методы определения содержания марганца.
9. ГОСТ 18309-72. Вода питьевая. Методы определения содержания полифосфатов.
10. ГОСТ 18293-72. Вода питьевая. Методы определения свинца, цинка, серебра.
11. ГОСТ 4389-72. Вода питьевая. Методы определения содержания сульфатов.
12. ГОСТ 18164-72. Вода питьевая. Методы определения содержания сухого остатка.
13. ГОСТ 4245-72. Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов.
14. ГОСТ 1770-74. Посуда мерная лабораторная стеклянная. Цилиндры, мензурки, колбы, пробирки.
15. ГОСТ 28498-90. Термометры жидкостные стеклянные. Общие технические требования. Методы испытаний.
16. Зайцева И.С., Зайцена Н.А. Контроль качества воды /лабораторный практикум. – Кемерово, 2011.
17. Левант Г.Е., Райцын Г.А. Практикум по общей химии. - М.: Высш. шк., 1971.
18. Муравьев А.Г., Пугал Н.А., Лаврова В.Н. Экологический практикум. – СПб: Крисмас+, 2008.
19. Нефедова Е.В. Экология / учебное пособие. – Новотроицкий филиал НИТУ «МИСиС», 2015.
20. Никитина Л.И. Определение качества воды по биологическим, физическим и химическим показателям / Сборник лабораторных работ. – Хабаровск: ДВУПС, 2008
21. Охрана окружающей среды. Терминология: справочное пособие. –М.: издательство стандартов. 1991. –128 с. –(вып. 6).
22. Практикум по коммунальной гигиене.- Минск: Наука, 1987.
23. Руководство к лабораторным занятиям по коммунальной гигиене/ Под ред. Гончарука Е.И.- М.: Медицина, 1982.

Приложение А

Фотографии основных видов инфузорий

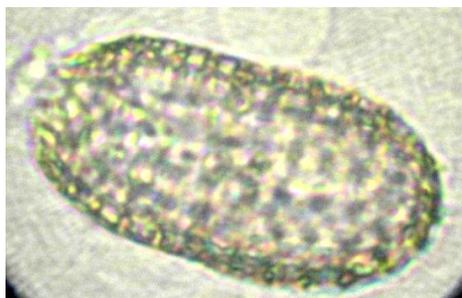


Фото 1. Колепс гиртус



Фото 2. Дилептус ансер

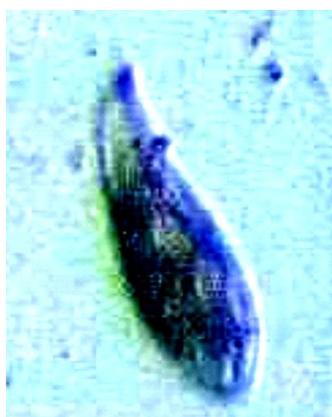


Фото 3. Спатидиум поркулус

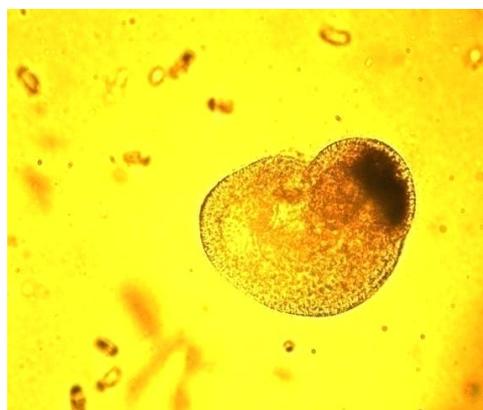


Фото 4. Кольпода кукулус



Фото 5. Кольпода мапази

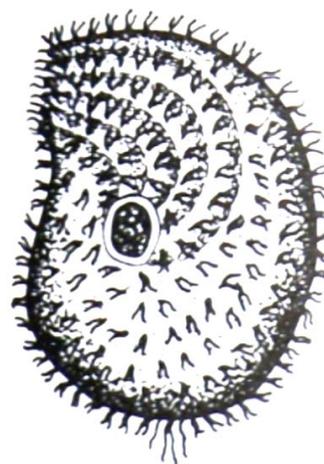


Фото 6. Кольпода штейни

Продолжение приложения А

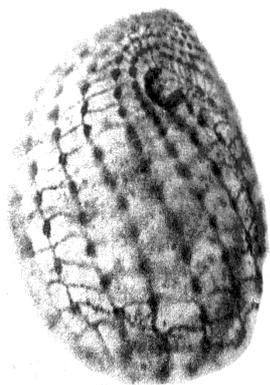


Фото 7. Кольпода аспера



Фото 8. Инфузория-туфелька

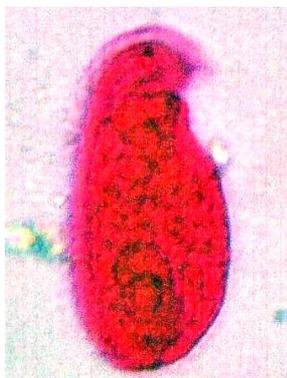


Фото 9. Кольпидиум кольпода



Фото 10. Уронема маринум

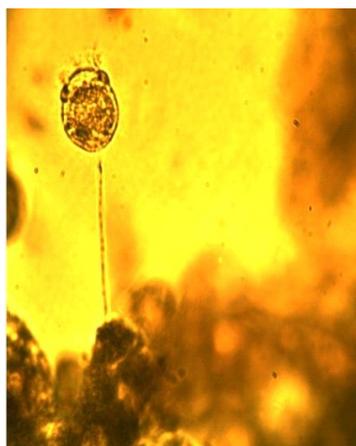


Фото 11. Вортицелла конваллярия

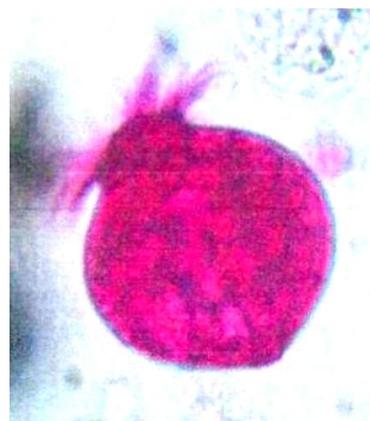


Фото 12. Стромбидиум

Окончание приложения А

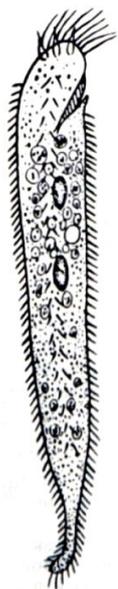


Фото 13. Уролептус писцис

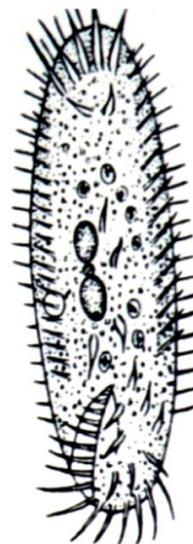


Фото 14. Окситриха реллионелла



Фото 15. Стилони́хия митилюс



Фото 16. Аспидиска костата

Приложение Б

УСТРОЙСТВО ФОТОМЕТРА ФОТОЭЛЕКТРИЧЕСКОГО КФК-3-01-«ЗОМЗ» И ПОДГОТОВКА ЕГО К РАБОТЕ

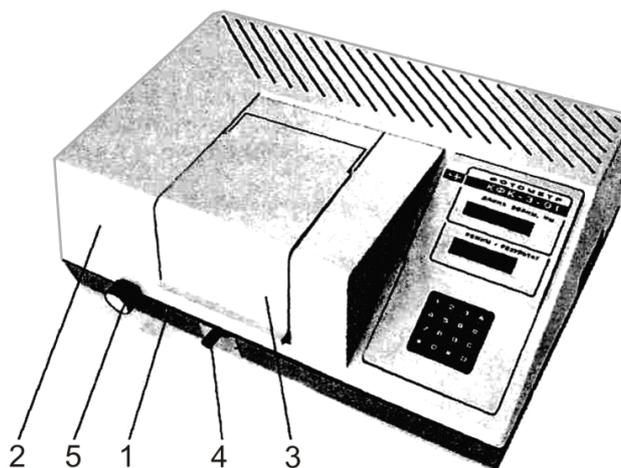
Устройство фотометра

Фотометр фотоэлектрический КФК-3-01-«ЗОМЗ» предназначен для измерения спектрального коэффициента направленного пропускания, оптической плотности и скорости изменения оптической плотности прозрачных жидкостных растворов, а также для определения концентрации веществ в растворах.

Нормальные условия работы фотометра: температура окружающей среды 10–35°C, относительная влажность воздуха 50–80 %, напряжение питания сети 220 В, частота – 50 Гц.

Диапазон длин волн 315–990 нм. В качестве диспергирующего элемента применен монохроматор на дифракционной решетке.

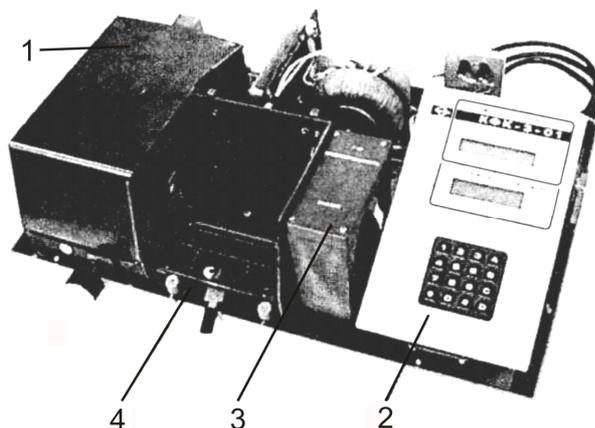
Фотометр выполнен в виде одного блока (рисунок 1).



1 – основание; 2 – кожух; 3 – крышка; 4 – ручка; 5 – тумблер

Рисунок 1 - Внешний вид фотометра

На металлическом основании 1 закреплены отдельные узлы, которые закрываются кожухом 2. Кюветное отделение закрывается съемной крышкой 3. Ввод в световой пучок одной или другой кюветы осуществляется перемещением ручки 4 до упора влево или право. При установке ручки до упора влево в световой пучок вводится кювета с «холостой пробой» (растворителем или контрольным раствором), при установке ручки до упора вправо – в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. При открытой крышке кюветного отделения шторка автоматически перекрывает световой поток. Ручка 5 служит для поворота дифракционной решетки и установки требуемой длины волны.



1 – монохроматор; 2 – микропроцессорная система; 3 – карман с фотоприемным устройством; 4 – кюветное отделение

Рисунок 2 - Вид фотометра без кожуха

Монохроматор 1 предназначен для выделения излучения заданного спектрального состава и состоит из корпуса, узла входной щели, сферического зеркала, дифракционной решетки, узла выходной щели и синусного механизма.

Кюветное отделение 4 представляет собой корпус, который с помощью болтов крепится к корпусу монохроматора. Кюветы с «холостой пробой» (растворителем или контрольным раствором) и исследуемыми растворами устанавливают в кюветодержатель и помещают в кюветное отделение. Кюветодержатель устанавливают в кюветное отделение на столик таким образом, чтобы две маленькие пружины находились с передней стороны. В правой части кюветного отделения расположен карман 3 с крышкой, в котором установлено фотоприемное устройство.

Для установки кювет размером 1010 мм объемом 2 см³ в фотометре применены специальные кюветодержатели со съемным механизмом перемещения, устанавливаемым в кюветном отделении.

Клавиатура фотометра состоит из 16 клавиш, предназначенных для выполнения следующих режимов.

Назначение клавиш

D – многофункциональная:

выбор режимов работы в «прямой» последовательности (τ – коэффициент пропускания, A – оптическая плотность, $C_{\text{ф}}$ – концентрация по фактору, $C_{\text{с1}}$ – концентрация по 1 стандартному раствору, $C_{\text{сб}}$ – концентрация по 6 стандартным растворам, Кинетика);

просмотр введенных значений концентрации стандартных растворов и соответствующих им измеренных оптических плотностей в режиме измерения концентрации по 6 стандартным растворам;

C – выбор режимов работы в «обратной» последовательности.

B – многофункциональная:

перевод микропроцессорной системы (далее МПС) в режим ввода коэффициента факторизации, концентрации стандартных растворов;
перемещение курсора вправо при работе в режиме ввода.
A – перемещение курсора влево при работе в режиме ввода.
– многофункциональная:
градуировка фотометра по «холостой пробе»;
перевод МПС в режим измерений оптических плотностей стандартных растворов.

0, 1, ..., 9 – ввод цифровой информации в память МПС.

* – многофункциональная:

« , » – (запятая) при работе в режиме ввода цифровой информации в память МПС;

включение МПС фотометра в режиме «КИНЕТИКА» при определении скорости изменения оптической плотности

Последовательность подготовки прибора к работе

1. Тумблер «СЕТЬ» установить в выключенном положении. Закрывать крышку кюветного отделения.

2. Подсоединить фотометр к сети 220 В, 50 Гц.

3. Включить тумблер «СЕТЬ»

4. Подготовка фотометра к работе осуществляется в автоматическом режиме:

на индикаторе отображается символ завода-изготовителя «ОАО «ЗОМЗ», сообщение «ПРОГРЕВ ПРИБОРА» и показания таймера;

по истечении 2,5 мин на индикаторе отображается надпись – шифр фотометра «КФК-3-01»;

по истечении 5 мин автоматически учитывается «нулевой отсчет», включается источник излучения; на индикаторе отображается значение длины волн в нм, надпись «ПРОГРЕВ ЛАМПЫ» и показания таймера;

по истечении 10 мин фотометр выдает звуковой сигнал готовности к работе, и на индикаторе отображается надпись

«ГОТОВ К РАБОТЕ. ВВЕДИТЕ РЕЖИМ»

Фотометр готов к работе.

Примечание: для сокращения времени подготовки фотометра к работе при закрытой крышке кюветного отделения после включения тумблера «СЕТЬ» последовательно два раза с интервалом в 20–30 с нажать клавишу «D». После звукового сигнала и появления надписи «ГОТОВ К РАБОТЕ ВВЕДИТЕ РЕЖИМ» фотометр готов к работе.

ВНИМАНИЕ!

1. Для установления рабочего режима и обеспечения стабильной работы фотометр необходимо выдержать не менее 30 мин с момента включения.

2. При работе в диапазоне длин волн 315–450 нм перед измерениями фотометр необходимо выдержать не менее 5 мин при закрытой крышке кюветного отделения.

3. Вблизи фотометра не должны находиться мощные источники света и нагревательные устройства. Не допускается попадания прямых солнечных лучей.

4. Установку длин волн необходимо выполнять подводкой со стороны коротких длин волн к более длинным. Если при установке значение длины волны превысило требуемое, необходимо вновь вернуться на 20–30 нм к более коротким длинам волн и повторно подвести к требуемому значению длины волны.

5. При установке кювет в кюветодержатели нельзя касаться рабочих участков поверхностей (ниже уровня жидкости в кювете). Наличие загрязнений или капель раствора на рабочих поверхностях кюветы приводит к получению неверных результатов измерений.

6. Жидкость наливается в кюветы до метки на боковой стенке. Если уровень жидкости превышает метку на боковой стенке кюветы, то наблюдается затекание жидкости по углам, что создает впечатление протекания кюветы.

7. После заполнения кювет жидкостью закрыть последние крышками. Не наклонять кювету с жидкостью при установке ее в кюветодержатель.

8. При загрязнении защитного стекла МПС, мешающего работе, необходимо протереть его сухой салфеткой при отключенном фотометре. Не допускается применение растворителей!

Измерение коэффициента пропускания или определение оптической плотности

1. Подготовить прибор к работе согласно п. 2.

2. Ручкой установки длин волн установить необходимую по роду измерений длину волны.

3. Установить в кюветное отделение кюветы с дистиллированной водой и исследуемым раствором. Кювету с водой установить в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо.

4. Ручку перемещения кювет установить в крайнее левое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с дистиллированной водой.

5. Закрыть крышку кюветного отделения.

6. Клавишей выбора режима «D» (C) выбрать режим измерения « τ – КОЭФФИЦИЕНТ ПРОПУСКАНИЯ» («A – ОПТИЧЕСКАЯ ПЛОТНОСТЬ»). Нажать клавишу «#». На индикаторе должно отобразиться «ГРАДУИРОВКА», через 3–5 с данная надпись исчезает и вместо нее отображается «ИЗМЕРЕНИЕ», « $\tau = 100,0 \pm 0,2 \%$ («A = $0,000 \pm 0,002$ »). Если значение «100» («0,000») отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

7. Ручку перемещения кювет установить вправо до упора. При этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На индикаторе отображается значение коэффициента пропускания в % (оптической плотности в Б) исследуемого раствора.

8. Операции 3–7 повторить три раза. Значение коэффициента пропускания (оптической плотности) исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

Измерение концентрации вещества в растворе по фактору

Для измерения концентрации вещества в растворе по фактору необходимо проделать следующие операции:

набрать длину волны измерений;

выбрать кювету;

построить градуировочный график и определить значение коэффициента факторизации F;

вести значение F в память МПС;

измерить концентрацию вещества.

Выбор длины волны. По методике 1–7 п. 3 измерить оптические плотности исследуемого раствора в диапазоне длин волн поглощения излучения данным раствором.

Построить график зависимости оптической плотности данного раствора от длины волны излучения, откладывая по горизонтальной оси значения длин волн в нм, по вертикальной – измеренные значения оптической плотности в Б.

Выбрать такой участок, где выполняются следующие условия:

оптическая плотность имеет максимальную величину,

ход прямой, примерно, параллелен горизонтальной оси, т. е. оптическая плотность слабо зависит от длины волны.

Длина волны, соответствующая этому участку, выбирается для измерения. Если второе условие не выполняется, то рабочая длина волны выбирается по первому условию.

Построение градуировочного графика и определение коэффициента факторизации. По методике 1–7 п. 3 для выбранной длины волны измерить оптические плотности всех растворов. Построить градуировочный график, откладывая по горизонтальной оси известные концентрации, а по вертикальной – соответствующие им измеренные значения оптической плотности.

По градуировочному графику для среднего значения концентрации С определить значение оптической плотности D.

Рассчитать коэффициент факторизации F по формуле

$$F = C / D.$$

Измерение концентрации по фактору. Подготовить фотометр к работе согласно п. 2.

Выполнить операции по 2, 3 п. 3.

Нажатием клавиши «D» («C») выбрать режим измерений концентрации по фактору. При этом на индикаторе должно отобразиться «С_ф – КОНЦЕНТРАЦИЯ ПО ФАКТОРУ».

Нажать клавишу «B». На индикаторе отображается надпись:

«ВВЕДИТЕ»

$K_f = 0.000$

При этом курсор находится в первом разряде значения K_f .

При помощи нажатий клавиши «B», перемещающей курсор вправо, либо «A», перемещающей курсор влево, и нажатия соответствующей цифровой клавиши ввести в память МПС значения коэффициента факторизации K_f .

Нажать клавишу «D» («C»). Выбрать режим «С_ф – КОНЦЕНТРАЦИЯ ПО ФАКТОРУ».

Нажать клавишу «#». На нижнем индикаторе отображается надпись «ГРАДУИРОВКА». По окончании градуировки на индикаторе отображается:

«ИЗМЕРЕНИЕ:

$C_f = 0.000 \pm 0.002$ ».

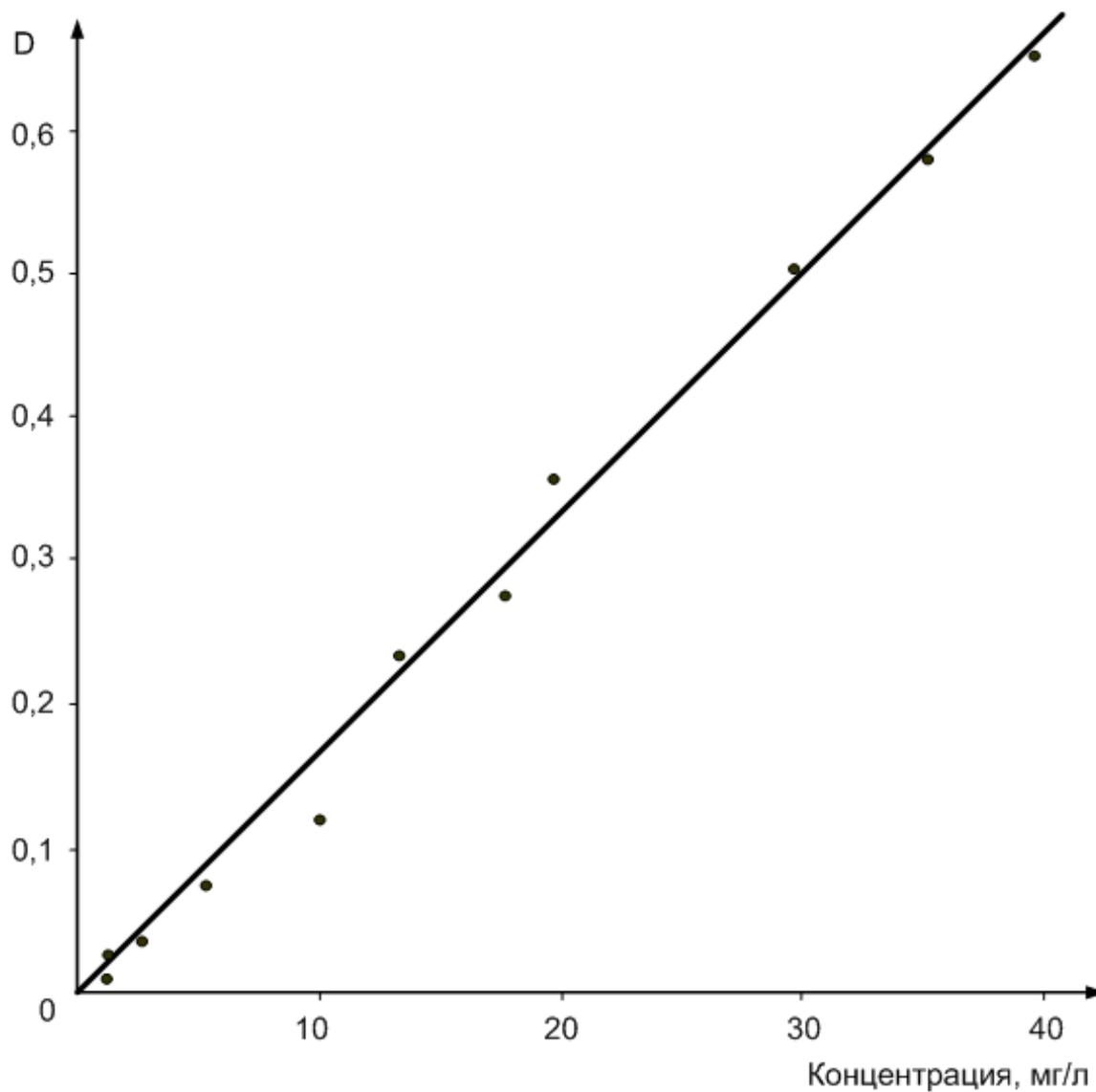
Если значение 0.000 отобразилось с большим отклонением, повторно нажать клавишу «#».

Ручку перемещения кювет установить в крайне правое положение, при этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На индикаторе отображается отсчет, соответствующий концентрации исследуемого раствора.

Операцию повторить три раза. Определить концентрацию исследуемого раствора как среднее арифметическое из полученных отсчетов.

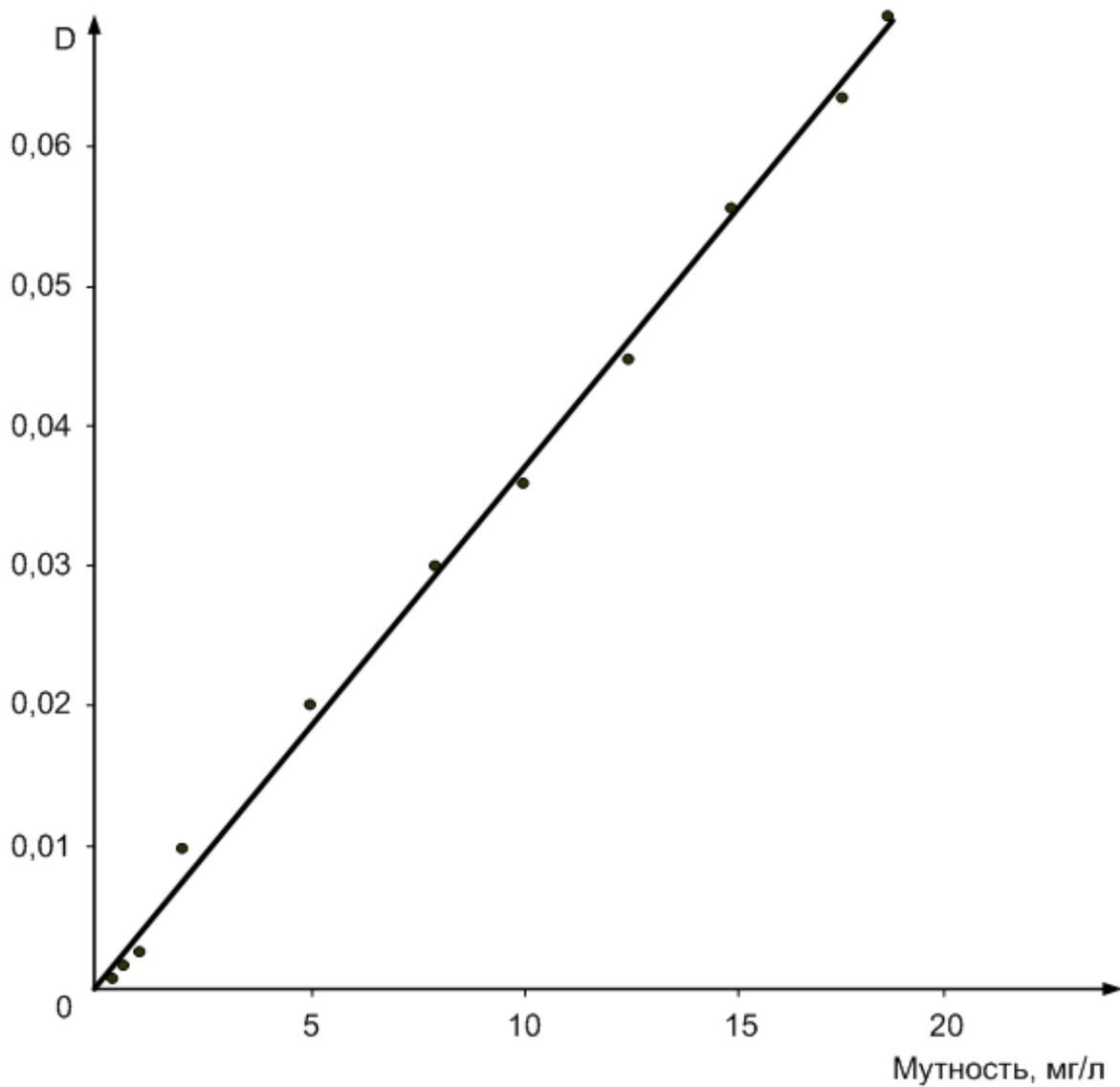
Приложение В

КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК КОНЦЕНТРАЦИИ КРАСИТЕЛЯ «ИНДИГО» ($L = 20$ мм, $\lambda = 530$ нм)



Приложение Г

КАЛИБРОВОЧНЫЙ ГРАФИК МУТНОСТИ ВОДЫ ($L = 50$ мм, $\lambda = 530$ нм)



Приложение Д
(для лаборанта к работе № 2)

ПРИГОТОВЛЕНИЕ СТАНДАРТНЫХ РАСТВОРОВ

1. Приготовление основного стандартного раствора (раствор №1) 0,0875 г двуххромовокислого калия ($K_2Cr_2O_7$): 2 г сернокислого кобальта ($Co SO_4 \cdot 7H_2O$) и 1 см³ серной кислоты (плотностью 1,84 г/см³) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 дм³.

Раствор соответствует цветности 500.

2. Приготовление разбавленного раствора серной кислоты (раствор №2): 1 см³ концентрированной кислоты серной плотностью 1,84 г/см³ доводят дистиллированной водой до 1 дм³.

3. Приготовление шкалы цветности:

Для приготовления шкалы цветности используют набор цилиндров Несслера вместимостью 100 см³. В каждом цилиндре смешивают раствор №1 и раствор №2 в соотношении, указанном на шкале цветности (таблица 1)

Таблица 1

Раствор №1, см ³	0	1	2	3	4	5	6	8	10	14
Раствор №2, см ³	100	99	98	97	96	95	94	92	90	86
Градусы цветности	0	5	10	15	20	25	30	40	60	70

НЕФЕДОВА ЕВГЕНИЯ ВИКТОРОВНА

БЕЛОВА МАРИНА НИКОЛАЕВНА

ЭКОЛОГИЯ

Лабораторный практикум

по дисциплинам «Экология», «Экология металлургических процессов», «Рациональное природопользование и охрана окружающей среды» для направлений подготовки бакалавров: 22.03.02 «Металлургия», 15.03.02 «Технологические машины и оборудование», 18.03.01 «Химическая технология», 13.03.02 «Электроэнергетика и электротехника», 13.03.01 «Теплоэнергетика и теплотехника», 38.03.01 «Экономика», 38.03.02 «Менеджмент», очной формы обучения

Подписано в печать 16.12.2015		
Формат 60x90 $\frac{1}{16}$ Рег.№ 78	Печать офсетная Тираж 100 экз.	Уч.-изд.л. 5,44

ФГАОУ ВПО

Национальный исследовательский технологический университет «МИСиС»

Новотроицкий филиал

462359, Оренбургская обл., г. Новотроицк, ул. Фрунзе, 8.

E-mail: nfmisis@yandex.ru

Контактный тел. 8 (3537) 679729.