

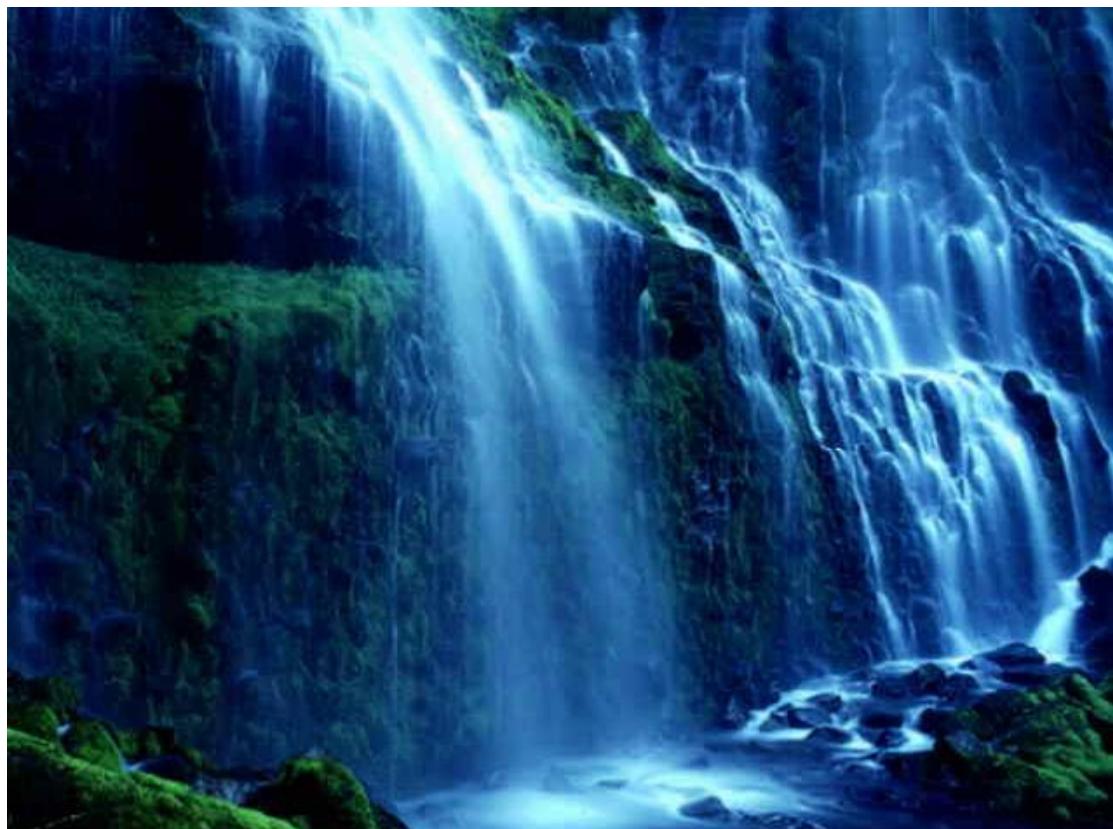
МИНИСТЕРСТВО ВЫСШЕГО И СРЕДНЕГО СПЕЦИАЛЬНОГО
ОБРАЗОВАНИЯ РЕСПУБЛИКИ УЗБЕКИСТАН

Национальный университет Узбекистана имени Мирзо Улугбека
Институт Высшей Педагогики

Сманова з.а., ТАДЖИМУХАМЕДОВ Х.С., КАСЫМОВ А.К.

А Н А Л И З В О Д Ы

Учебно-методическое пособие для преподавателей высших учебных
заведений



ТАШКЕНТ 2007

УДК 541

Учебно-методическое пособие по анализу воды рассчитано для преподавателей высших учебных заведений, а также для студентов ВУЗов, специализирующихся в области аналитической химии, и специалистов, работа которых связана с исследованием состава воды. Подобное краткое учебно-методическое пособие издаётся впервые.

В данном пособии кратко и общедоступно излагаются основные приёмы физического и химического методов определения состава воды. Оно содержит разнообразные практические работы по исследованию состава воды на месте её взятия в лабораторных условиях и оценка качества воды, предназначенные для самых разнообразных целей. Содержание работ приближено к условиям практических анализов, выполняемых в производственных условиях, поэтому пособие может быть использовано и работниками производственных лабораторий.

Составители: Сманова З.А., Таджимухамедов Х.С., Касымов А.К.

Рецензенты: Доктор химических наук, профессор кафедры неорганической и аналитической химии НУУз Ходжаев О.Ф.

Заведующий кафедрой гидрологии
и суши географического факультета НУУз
доктор геолого-минералогических наук,
профессор Хикматов Ф.Х.

Учебно-методическое пособие рассмотрено и одобрено на заседании учебно-методического совета химического факультета НУУз (протокол № 8 от 12 июня 2007 года) и рекомендовано к печати.

СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Состав воды	6
Выбор типа анализа воды	6
Выбор методов отдельных определений	7
Физические и химические показатели качества воды и их оценка	8
Характеристика физических показателей качества воды	8
Температура воды	8
Запах и вкус воды	8
Цветность воды	10
Прозрачность и мутность	12
Определение плотности воды	13
Процессы очистки воды, связанные с устранением нежелательных физических свойств воды.	13
Характеристика химических показателей качества воды	15
Установление pH среды	15
Определение жесткости воды	16
Определение свободного аммиака	21
Определение азотистой кислоты	22
Определение азотной кислоты	22
Определение содержания серной кислоты	24
Определение содержания хлора	25
Определение содержания свободной углекислоты	25
Определение содержания гидрокарбонат – иона	26
Определение содержания ионов натрия	26
Определение содержания ионов кальция	26
Определение содержания ионов магния	27
Определение содержания ионов железа	27
Определение содержания ионов тяжёлых металлов: свинца, меди, цинка, алюминия, молибдена, марганца, мышьякодержащих металлов	29
Определение содержания ионов хрома	32
Определение содержания ионов фтора	34
Определение радиоактивности воды	34
Определение сухого остатка	35
Определение окисляемости воды	35
Определение органических примесей	36
Процессы очистки воды, связанные с устранением нежелательных химических свойств воды	37
Приложение	39
Использованная литература	41

Введение

В предлагаемом учебно-методическом пособии поставлена цель в кратком и общедоступном изложении сообщение описания важнейших и наиболее простых аналитических приёмов для исследования состава воды и следовательно дать возможность читателю, даже не имеющему специального химического образования, определить насколько отвечает исследуемая вода той или иной надобности.

Во многих местах полное химическое исследование воды представляется затруднительным, вследствие отсутствия благоустроенных лабораторий и поэтому в силу необходимости о качестве воды чаще всего судят по цвету, вкусу и запаху, хотя этот простой «органолептический» приём исследования далеко не всегда даёт достоверные указания.

Вместе с этим статистические данные с несомненностью указывают на особую важность определения качества питьевой воды, в отношении благосостояния той или иной местности; поэтому систематическое исследование состава питьевой воды, употребляемой в городах и сёлах должно составить одну из основных задач общественных управлений.

Основной задачей подготовки воды для питьевых целей является ее обеззараживание, осветление, обесцвечивание, устранение запахов, а также удаление вредных веществ и улучшение вкуса.

Разрешение этой проблемы все больше зависит от детального изучения свойств отдельных компонентов природных вод, физико-химического исследования состава вод, детального изучения химизма процессов, протекающих при обработке воды.

Не меньшее значение имеет также исследование воды употребляемой для технических целей, большая жесткость воды, употребляемой для питания например парового котла, неизбежно влечет за собой значительный расход топлива, вследствие образования на стенках котла накипи и обуславливает его быстрое изнашивание.

Как на одно из преимуществ излагаемой методики «простейших» приёмов исследования можно указать на то, что в виду простоты и незначительного количества нужных для этой цели реагентов и посуды, само исследование требует сравнительно немного времени и часто может быть произведено на месте у источника.

В данном пособии сделана попытка по возможности раскрыть и развить теоретическую сторону описанных в ней методов определения состава воды и тем самым содействовать рациональному использованию их на практике.

Природные воды являются растворами сложного состава с очень широким диапазоном содержания растворенных веществ, в них найдено свыше 50 элементов, которые находятся в виде ионов, недиссоциированных молекул (в том числе газов) и коллоидов. Однако только некоторые из них обычно встречаются в незначительных количествах. К таким элементам относятся натрий кальций, магний и хлор, присутствующие в виде простых ионов (Na^+ ,

Mg^{2+} , Ca^{2+} , Cl^-), а также C, S, N, O, H, Si, находящиеся в виде сложных ионов (HCO_3^- , CO_3^{2-} , SO_4^{2-} , NO_3^-), недиссоциированных молекул и коллоидов ($HSiO_3^-$) и растворенных газов CO_2 SO_2 O_2 и др. Все перечисленные элементы встречаются в количествах, измеряемых величинами порядка миллиграммов в 1л воды (содержание некоторых из них часто достигает граммов и даже десятков граммов на 1 л воды).

Большее число элементов в обычных природных водах встречается в количествах, редко превышающих десятки микрограммов в 1л воды. К таким элементам относятся Zn, Cu, Pb, As, Mo и многие другие. Наряду с неорганическими соединениями природные воды содержат и растворенные органические соединения. Все эти вещества являются компонентами химического состава природной воды.

Компоненты химического состава воды можно разделить две основные группы- газы и растворенные вещества, которые переходят в твердое состояние при выпаривании воды и составляют её минерализацию. К последним относятся неорганические и органические ионы и коллоиды. Эту группу веществ условно подразделяют на макро- и микрокомпоненты. К макрокомпонентам причисляют компоненты, обычно находящиеся в воде в повышенных относительно других компонентов содержаниях: Cl^- , SO_4^{2-} , HCO^- , Na, Ca, Mg (в ряде типов подземных вод регионального распространения), Fe и Al (в некоторых сильнокислых подземных водах) и $HSiO_3^-$ (в ряде типов грунтовых и поверхностных вод с очень малой минерализацией и в высокотемпературных акротермах). С некоторой условностью к макрокомпонентам можно отнести также и нитрат-ион, который и хотя и очень редко встречается в преобладающих относительно других анионов количествах, но его содержание во многих грунтовых и поверхностных водах сравнительно велико.

К микрокомпонентам относятся все остальные ионы и коллоиды. Следует отметить, что микрокомпоненты могут встречаться в природных водах и в довольно значительных количествах (например бор, бром, иод в сильноминерализованных водах и рассолах, цинк, медь, марганец и другие элементы в сильнокислых рудничных и шахтных водах и т.д.)

Формы соединений многих микрокомпонентов в природных водах недостаточно выяснены и поэтому большинство из них в химическом анализе часто выражают в виде соответствующих элементов (Cu, As, Pb, Mn и т. п.).

Как и во всякой большой и многогранной работе в данном пособии имеются спорные положения и дискуссионные моменты. Это вполне естественно, так как уровень наших знаний о воде еще не столь велик, так как чем глубже постигаешь природу воды , тем больше убеждаешься в оригинальности его поведения в неочевидности его свойств, в новых ,ещё не до конца раскрытых её структурных особенностях. В пособии приводится описание физических и химических свойств воды, в общедоступной форме понятной даже читателю неспециалисту, дано представление о природных водах, обобщены наиболее важные данные о питьевой воде.

Определение качества воды и контроль за ее чистотой сложный и ответственный процесс, и решение этой проблемы на сегодня является весьма актуальным.

Состав воды

Несмотря на то, что в природе встречается нередко по внешности очень чистая вода, тем не менее вполне чистой, химически чистой воды в природе не существует. Всякая вода: дождевая, речная, колодезная, ключевая и т.п., всегда содержит большее или меньшее количество минеральных, органических, биологических и газообразных веществ, находящихся в воде частью в растворённом, частью во взвешенном состоянии. Иногда содержание этих растворенных веществ настолько значительно, что делает воду непригодной как для питья, так и для промышленных целей. Кроме того не все находящиеся в растворе вещества одинаково вредны; поэтому знание состава воды и относительного количественного содержания различных составных частей является очень важным.

Выбор типа анализа воды

Тип анализа воды, т.е. перечень необходимых определений, должен устанавливаться в соответствии с целевым назначением анализа и в зависимости от тех задач, решение которых будет частично или полностью основываться на результатах этого анализа. При оценке, например, воды с точки зрения пригодности её для питья могут иметь очень большое значение ничтожные содержания азотистой кислоты и аммиака (десятие и даже сотые доли миллиграмма на 1л.); эти составные части являются показателями загрязнения воды.

В указанном случае перечень необходимых определений должен включать определение аммиака и азотистую кислоту. Если же вода предназначена для охлаждения, то даже гораздо более высокие концентрации аммиака и азотистой кислоты не имеют никакого значения и включать в анализ определения этих составных частей не следует.

Для оценки агрессивности воды по отношению к бетону решающее значение имеет содержание в ней свободной углекислоты. Агрессивность же воды по отношению к гипсу совершенно не зависит от содержания свободной углекислоты в воде.

В некоторых случаях нужен подробный анализ воды, включающий определение многих составных частей, в других случаях можно ограничиться небольшим числом определений. Для приготовления, например, раствора полисульфида бария, применяемого для опрыскивания растений, непригодна вода, содержащая большое количество гидрокарбонат –ионов и сульфат – ионов, так как эти ионы будут осаждать ионы бария в виде сернокислых и углекислых солей. Остальные составные части существенного значения не имеют. В данном случае для суждения о

пригодности воды достаточно определить только содержание в ней сульфат – и гидрокарбонат – ионов.

Из вышесказанного ясно, что вопрос о том, сколько составных частей нужно определить при анализе воды и какие именно, должен решаться в зависимости от целевого назначения этого анализа. В приложении приводятся основные типы анализа вод (см. приложение).

Выбор методов отдельных определений

При выборе методов отдельных определений нужно учитывать в первую очередь целевое назначение анализа. Точность определений отдельных составных частей обусловит и точность ответа на вопрос, который будет решаться на основании результатов анализа. В стационарных лабораториях анализы воды производятся обычными методами количественного анализа. Эти методы обеспечивают высокую точность, но некоторые из них, например весовые, очень трудоёмки и обуславливают большую стоимость анализа.

В тех случаях, когда большая точность не требуется, целесообразно пользоваться менее трудоёмкими, а следовательно и более дешёвыми, упрощенными методами анализа.

Упрощенными методами анализа широко пользуются при работе в полустационарных условиях, т.е. при производстве анализа не в химической лаборатории, а в помещении, не имеющем специального оборудования для аналитической работы. Особенное значение упрощенные методы имеют для полевых анализов воды. Термином «полевой анализ воды» обычно определяют анализ, который производится непосредственно у источника. Производство анализа у источника является в целом ряде случаев весьма целесообразным, а определение некоторых составных частей воды непосредственно у источника – даже необходимым.

Получить правильное представление о содержании в воде некоторых «неустойчивых» составных частей можно только при условии их определения тотчас же по взятии пробы воды. К числу таких составных частей относятся в первую очередь: азотистая кислота, аммиак, свободная углекислота, pH, сероводород, свободный кислород, закисное железо.

Упрощенные методы анализа, дающие возможность быстро и дешево получать химическую характеристику воды, оказывают большую помощь в практической работе, и их следует применять весьма широко. Но нельзя пользоваться упрощенными методами анализа воды при решении таких вопросов, выяснение которых требует значительно большей точности анализа, нежели могут дать упрощённые методы. По результатам упрощённых методов анализа невозможно судить, например, об изменяемости во времени химического состава того или иного водоисточника в случаях, когда колебания в содержании отдельных составных частей этой воды будут такого же порядка, что и возможные ошибки применяемых методов анализа.

Всегда следует отчетливо представлять себе степень точности того или иного метода и учитывать величину возможной ошибки анализа при решении того или иного вопроса. В зависимости от необходимой точности анализа должны быть выбраны и методы отдельных определений.

Физические и химические показатели качества воды и их оценка

I. Характеристика физических показателей качества воды

Физическими показателями воды являются её температура, запах, вкус, прозрачность, мутность и цветность, а также наличие и характер осадка и его изменение при отстаивании.

1. Температура воды

Температура воды зависит от её происхождения. Воды подземных источников отличаются большим постоянством температуры, причем с увеличением глубины залегания вод температура снижается. Глубокая, грунтовая и родниковая воды имеют постоянную температуру, на которую мало влияют изменения температуры воздуха по временам года. Чрезмерно высокая или низкая температура воды является показателем её неглубокого залегания от поверхности земли.

Для определения температуры колодезной или проведенной воды термометр опускается в текущую воду, и наблюдения за ним ведутся до тех пор, пока показания температуры не будут постоянными.

Оптимальная температура воды для питьевых целей 7-11°C. Только чистая, прохладная вода вкусна и освежающа. Вода с более высокой температурой уже не обладает освежающим свойством. Питьевая вода ниже 5°C для многих людей является безусловно вредной для здоровья.

2. Запах и вкус воды

Запах и вкус воды зависит от ряда причин: температуры воды, насыщающих воду газов и химического состава примесей. Вода, температура которой выше 15 °C, (при недостаточном содержании газов) имеет неприятный вкус и не утоляет жажду.

Ухудшение органолептических показателей воды может объясняться наличием в ней сероводорода и некоторых солей. Так, соли закиси железа и марганца придают воде железистый, сернокислый кальций – вяжущий, сернокислый магний – горький, хлористый натрий – солёный вкус. Вкусовые качества питьевой воды имеют большое значение и присутствие очень незначительного количества веществ, влияющих на вкус воды (органические вещества, нефтепродукты) делают её непригодным для питья. Достаточно сказать, что одна капля этих веществ изменяют вкус нескольких тонн воды.

Вкусовые испытания должны производиться при температуре воды от 8-12°C; в некоторых случаях это испытание производится и при более высокой температуре; так например в поверхностных водах следует принять во внимание их естественное нагревание летом. В остальном сам по себе способ вкусового испытания должен приспособляться по возможности к окружающим условиям. М.Рубнер определяет вкус воды таким образом: он

берёт пробу воды в количестве от 50 до 60 мл, прополаскивает ею рот и затем лишь проглатывает. Если определение вкуса воды имеет большое значение, то для этого нагревают воду от 25°C до 35°C, в результате чего вкус её значительно обостряется. Если есть подозрение, что вода заражена, то конечно вкусовой пробы делать не следует.

В настоящее время для определения характера и интенсивности вкуса 10-15 мл исследуемой воды набирают в рот и держат 10-15 сек, не проглатывая. Интенсивность вкуса питьевой воды не должен превышать 2 баллов (см. табл. 1).

Питьевая вода не должна иметь никакого запаха, в особенности гнилостного. Неприятный вкус воды вызывается светильным газом, сгнившими веществами растительного и животного происхождения, илом ит.д., а также домашними и промышленными сточными водами.

Жёсткие воды обычно вкуснее мягких, эти последние по большей части безвкусные, вялы, неприятны. Определить степень жёсткости воды на основании вкуса едва ли возможно.

Для определения в воде пахнущих составных частей, сначала исследуют запах в свежее зачерпнутой пробе – зимой при комнатной температуре, затем подогретой до 40°C до 50°C, когда ещё можно держать стеклянный сосуд в руках. Для данного испытания обычно необходимо брать не менее 200 мл воды. Вода набирается в стеклянные колбы или бутылки, лучше всего с широкими и короткими горлышками, снабженные притертыми пробками, наполненные исследуемой водой не выше, чем до половины. Отчетливее всего можно заметить присущий воде запах при взбалтывании её нагретой. Вообще результат исследования при высокой температуре выступает значительно ярче, чем на холода. Характер запаха естественного происхождения классифицируют согласно таблице 2. Грубая количественная оценка интенсивности запаха по 5-балльной шкале производится в соответствии с таблицей 1.

Большую роль в формировании запаха и привкуса природных вод играет их органический состав, наличие продуктов гниения или ничтожных количеств специфических органических соединений, выделяемых некоторыми водорослями и микроорганизмами. Так, например *Asterionella* может придать воде запах, похожий на рыбный, *Sunura* – запах, похожий на запах свежего спелого огурца и т.д. В таких случаях определение запаха даёт ценные указания для микроскопического исследования.

Интенсивность запаха воды

Таблица 1

Балл	Интенсивность	Описательные определения
0	Никакого	Отсутствие ощутимого запаха
1	Очень слабый	Запах, не поддающийся обнаружению потребителем, но обнаруживаемый в лаборатории опытным исследователем
2	Слабый	Запах, не привлекающий внимание потребителя, но такой, который можно

		заметить, если указать на него
3	Заметный	Запах, легко обнаруживаемый и могущий дать повод относиться к воде с неодобрением
4	Отчетливый	Запах, обращающий на себя внимание и делающий воду неприятной для питья
5	Очень сильный	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной для питья

Таблица 2

Характер и род запаха воды

Символ	Характер запаха	Примерный род запаха
А	Ароматический	Цветочный, огуречный
Б	Болотный	Илистый, тинистый
Г	Гнилостный	Фекальный, сточный
Д	Древесный	Запах мокрой щепы, древесной коры
З	Землистый	Прелый, свежевспаханной земли, глинистый
П	Плесневый	Затхлый, застойный
Р	Рыбный	Рыбьего жира, рыбы
С	Сероводородный	Тухлых яиц
Т	Травянистый	Скошенной травы, сена
Н	Неопределенный	Запахи естественного происхождения, не подходящие под предыдущие определения

Устранение запаха воды очень трудно, исключая запах сероводорода, который легко удаляется аэрацией воды. Нередко для этой цели производится фильтрация воды и употребляются химические реагенты, как например сернокислый алюминий, хлор, марганцевокислый калий, сернокислая медь, озон и уголь.

3. Цветность воды

Абсолютно бесцветная вода встречается в природе чрезвычайно редко, обыкновенно окраска воды столь незначительна, что она практически не принимается во внимание. В толстом слое вода имеет голубоватый оттенок. Иные оттенки свидетельствуют о наличии в воде различных растворённых и взвешенных примесей.

Для простейшего исследования окраски воды применяется бесцветный стеклянный цилиндр от 20 до 25 мм в диаметре и не менее 40 см в длину, с плоским дном. Цилиндр ставят на лист белой бумаги, наполняют исследуемой водой и определяют цвет и степень прозрачности, смотря сверху вниз. Оттенок воды имеет большое сходство с разбавленным раствором карамели и поэтому для более точного определения цвета воды

пользуются этим веществом при сравнении жидкостей (раствор карамели содержит точно один грамм карамели в литре воды).

Количественное определение цветности воды производят путём сравнения (при просмотре на белом фоне) исследуемой воды, налитой в цилиндр из бесцветного стекла ёмкостью 100 мл и высотой 20 см, со стандартным платино-cobальтовым раствором, налитый в такой же по форме и размерам цилиндр. Стандартный раствор содержит хлороплатинат калия, хлористый кобальт и соляную кислоту. При отсутствии хлороплатината калия стандартный раствор готовится из двухромовокислого калия с сернокислым кобальтом и серной кислотой.

Определение цветности воды по платиново- cobальтовой шкале
Платиново- cobальтовую шкалу готовят растворением 1,245 г хлороплатината калия $K_2[PtCl_6]$, 1,01 г хлористого кобальта $CoCl_2 \cdot H_2O$ в 200 мл дистиллированной воде. Прибавляют 100 мл концентрированной соляной кислоты (плотность 1,19) и доводят водой до 1 л. Цветность такого раствора соответствует 500 градусам. Рабочую шкалу готовят прибавляя в цилиндры разное количество основного раствора и разбавляя его до 100 мл дистиллированной водой.

В таблице 3 указаны градусы цветности, соответствующие различной концентрации стандартного раствора. В первой графе указано число миллилитров стандартного раствора, которое, будучи разбавлено водой до 100 мл, отвечает проставленному во второй графе числу градусов цветности. Шкала может служить при хранении её в темноте 2-3 месяца. Для полевой работы следует иметь набор окрашенных стекол, имитирующих цвета указанных растворов.

Таблица 3
Градусы цветности, соответствующие различной концентрации стандартного раствора

Объем стандартного раствора, мл	Градусы	Объем стандартного раствора, мл	Градусы
1	5	9	45
2	10	10	50
3	15	12	60
4	20	14	70
5	25	15	75
6	30	16	80
7	35	20	100
8	40	25	125

Определение цветности воды по бихромат- cobальтовой шкале. В небольшом объёме дистиллированной воды растворяют в отдельной посуде 0,0875 г бихромата калия $K_2 Cr_2 O_7$ и 2,0 г сульфата кобальта $Co SO_4 \cdot 7H_2O$. Растворы солей смешивают, прибавляют 1 мл концентрированной серной

кислоты (плотность 1,84) и доводят дистиллированной водой до 1 л (*раствор №1*).

1 мл основного раствора соответствует 5 градусам. Для приготовления шкалы смешивают основной раствор с раствором, содержащим 1 мл серной кислоты (плотность 1,84) в 1 л (*раствор №2*), доводя общий объём раствора до 100 мл. Например, для приготовления раствора, имеющего цветность 20°, следует смешать 4 мл основного раствора с 96 мл раствора серной кислоты. Цветность питьевой воды не должна превышать 20°(таблица 4).

Таблица 4
Шкала цветности при смешивании растворов в различных соотношениях

Раствор №1	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14	16
Раствор №2	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86	84
Градусы цветности	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70	80

Для определения цветности воды применяют бесцветные цилиндры диаметром 30 мм и высотой 350 мм. Мутную воду предварительно отфильтровывают.

Если вода какого либо источника, колодца мутнеет после дождя, то это обстоятельство говорит о том, что вода загрязняется почвенными водами.

4. Прозрачность и мутность воды

Питьевая вода должна быть чистой и прозрачной. Взвешенные вещества могут содержаться в ней лишь в очень незначительном количестве. Лёгкое помутнение воды уже влияет на вкус. Для питьевой воды допускается мутность 2 мг/л.

Проба на помутнение производится простым хранением 400-500 мл воды при обыкновенной температуре. Помутнение воды при стоянии почти всегда указывает на содержание в воде железных солей, главным образом двууглекислого железа. При этом образуются хлопья, которые сперва кажутся опализирующими, а затем окрашиваются в бурый цвет. Такая вода обычно непригодна непосредственно для питьевых целей и в качестве сырья для некоторых технологических процессов.

Мутность воды характеризуют следующими терминами: слабая опалесценция, опалесценция, слабая муть, заметная муть, сильная муть. Для количественного определения мутности готовят стандартные растворы с определенным содержанием взвешенных частиц и сравнивают в специальных приборах мутность исследуемой воды с мутностью этих стандартных растворов.

При большом содержании взвешенных веществ (более 3 мг/л) вместо мутности определяют обратную ей величину – прозрачность воды. Прозрачность воды характеризуют максимальной высотой столба воды,

через который виден специальный стандартный шрифт (шрифт Снеллена) или же чёрный крест на фоне белого диска. Определение прозрачности по Снеллену производят в градуированных по высоте цилиндрах диаметром 3,0-3,5 см и высотой 60 см с плоским, хорошо отшлифованным отъемным дном. Стандартный шрифт подкладывают под цилиндр на расстоянии 4 см от дна. Исследуемую воду наливают в цилиндр и, изменяя количество воды, определяют предельную высоту столба (в см), при которой можно прочитать шрифт. Прозрачность питьевой воды по шрифту должна быть не менее 30 см.

Определение по кресту производится в специальном приборе при искусственном освещении. Находят предельную высоту столба воды, через который просматривается рисунок чёрного креста на белом фоне с толщиной линий 1мм и четырёх черных кружочков диаметром 1мм. Определение проводят в бесцветном цилиндре высотой 350 см, на дне которого находится фарфоровая пластинка с рисунком креста. Нижняя часть цилиндра освещена лампой в 300 вт. Питьевая вода должна иметь прозрачность по кресту не менее 300 см. Чаще прозрачность по кресту определяют в водоемах или при контроле качества очистки воды на очистных сооружениях.

Для непосредственного определения количества взвешенных частиц определенный объём воды (при содержании взвешенных веществ 10-50 мг/л – 1 л воды) фильтруют через тигель Гуча или через тигель с фильтрующим дном. Тигель с осадком высушивают до постоянного веса при 105°C и взвешивают на аналитических весах. Содержание взвешенных частиц в исследуемой воде рассчитывают по формуле:

$$Q=(g_1-g_2)\cdot 1000/V, \text{ мг/л}$$

Где Q- содержание взвешенных веществ в воде, мг/л;

g₁-вес тигля с просушенным фильтром после фильтрования воды, г;

g₂-вес тигля с просушенным фильтром до фильтрования, г;

V-объём профильтрованной воды, мл.

Иногда определяют также потерю при прокаливании взвешенных веществ. Для этого тигель с осадком осторожно прокаливают до постоянного веса и взвешивают.

Если на дне склянки с пробой воды имеется осадок, то даётся его грубая количественная характеристика: незначительный, заметный, большой. При большом осадке указывают (приблизительно) отношение объёма осадка к общему объёму пробы. Отмечается также характер осадка: кристаллический, аморфный, хлопьевидный. При изучении вод, предназначенных для водоснабжения и обладающих значительной мутностью, производят специальное отстаивание воды. Отмечают процесс осветления воды и дают его качественное описание: осветление слабое, сильное и т.д.; описывают и характер образующегося осадка.

5. Определение плотности воды

Плотность чистой воды зависит от температуры. При 15°C она равна 0,99913 г/см³, при 20°C– 0,99823 г/см³. Плотность природных и сточных вод зависит также и от растворённых соединений. Обычно плотность воды близка к единице.

Плотность воды с точностью до третьего знака можно определить ареометром. Исследуемую воду налить в цилиндр на 100 мл. Осторожно опустить ареометр, уровень воды должен оказаться в пределах шкалы ареометра. Если шкала ареометра будет выше или ниже уровня воды, то следует заменить ареометр на другой из набора. Показание шкалы ареометра на уровне поверхности воды соответствует её плотности при данной температуре.

Процессы очистки воды, связанные с устранением нежелательных физических свойств воды

Очистка воды с целью улучшения ее качества включает осветление и обесцвечивание, устранение запахов и привкусов.

Осветление и обесцвечивание вод может быть достигнуто двумя путями – естественным и искусственным.

Естественное осветление воды и частичное обесцвечивание её происходит при длительном отстаивании. Поскольку естественное осветление воды приводит к осаждению наиболее грубодисперсных частиц, оно обычно применяется только в качестве предварительной очистки воды. В силу того, что этот процесс протекает медленно и достаточного эффекта при этом обычно не достигается, метод естественного отстаивания на очистительных сооружениях водопроводов обычно не применяется.

При искусственном методе осветления и обесцвечивания воды применяют химическую обработку её коагулянтами. В качестве коагулянтов применяют: сульфат алюминия $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$, хлорид железа FeCl_3 , сульфат железа $\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3$, смешанный алюмоклерезный коагулянт и другие, которые образуют в результате гидролиза малорастворимые гидроокиси металлов $\text{Al}(\text{OH})_3$ и $\text{Fe}(\text{OH})_3$, являющиеся основными действующими началами при очистке воды коагулированием. Применение коагулянтов позволяет обеспечивать более полное и быстрое осаждение взвешенных и коллоидных частиц, содержащихся в воде, а также снизить капитальные затраты на строительство очистных сооружений.

В свете современного учения процесс искусственного обесцвечивания воды следует представлять себе следующим образом. При добавлении к очищаемой воде растворов коагулянтов [$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ и FeCl_3] в течение первых 30 секунд происходит гидролиз добавленных солей и образуются коллоидные гидроокиси алюминия и железа, обладающие огромной активной поверхностью. Коллоидные примеси, содержащиеся в воде, адсорбируются на этой поверхности частиц гидроокисей.

Процессы осветления и обесцвечивания воды обычно завершаются фильтрованием, которое осуществляется пропусканием воды через слой зернистого материала (например, песка или антрацита) с частицами различной крупности.

Различают два вида фильтрования – медленное и скорое. Характерной особенностью медленного фильтрования является весьма малые скорости фильтрования (0,1-0,2 м/час), применение мелких зёрен фильтрующего материала и отсутствие предварительного коагулирования. При скором

фильтровании допускаются во много раз большие скорости фильтрования (5-12 м/час). Используется фильтрующий материал более крупных фракций с обязательным применением предварительного коагулирования с целью удаления основной массы взвесей из обрабатываемой воды.

Кроме осветления и обесцвечивания, представляющих собой основные процессы очистки воды на водопроводах, в ряде случаев используют ещё другие методы водообработки. В число этих методов входит удаление привкусов и запахов, а также химические процессы к которым относятся: устранение агрессивных газов, железа, марганца, кремнекислоты, удаление солей жесткости, солей тяжёлых металлов, опреснение воды и т.д. Очистка вод от нежелательных химических свойств воды приводится далее.

Устранение запахов и привкусов в зависимости от их происхождения осуществляется различными методами. Запахи и привкусы, вызываемые размножением и отмиранием обитающих в водоёмах микроорганизмов, предотвращаются обработкой этой воды солями тяжёлых металлов (медным купоросом), на водопроводах они устраняются с помощью сильных окислителей (оциона, двуокиси хлора) или адсорбентов (например, активированных углей). Применение хлорирования с аммонизацией при обработке воды, содержащей фенол и другие производные бензола, предотвращают возникновение в ней хлорфенольных запахов и привкусов. Запахи и привкусы, обусловленные наличием растворённых газов или солей, удаляются соответствующими методами дегазации и обессоливания.

II. Характеристика химических показателей качества воды

При определении химических показателей воды, составляющих сущность химического анализа, даются ответы на многие важные для практической оценки вопросы. Такие определения позволяют устанавливать, соответствует ли качество воды требуемым нормам.

Данные химического анализа служат убедительными показателями при выяснении вопроса, нет ли в воде примесей, делающих её непригодной для бытовых и технических нужд, не содержит ли вода вредных для здоровья организма загрязнений либо соединений, способствующих её коррозийной активности, вспениванию, образованию накипи ит.д. Наконец, на основании сопоставления результатов химического анализа воды с требованиями, предъявляемыми к ней потребителем, можно судить о том, каким процессам очистки следует подвергнуть эту воду для улучшения тех или иных её показателей.

В число химических определений входят: установление активной реакции воды, окисляемости, азотсодержащих веществ, растворённых в воде газов, плотного остатка и потерь при прокаливании, жесткости и щелочности воды, хлоридов, сульфатов, железа, марганца, и других элементов.

1. Установление pH среды

Чистая вода должна быть нейтральной и не должна содержать ни кислот, ни щелочей.

Активная реакция воды т.е. степень её кислотности или щелочности, характеризуется концентрацией ионов водорода. В нейтральном растворе концентрация ионов водорода равна концентрации гидроксильных ионов.

$$[\text{H}^+] = [\text{OH}^-] = 10^{-7}$$

Обычно для большинства природных вод рН меняется в пределах 6,5-8,5.

Сохранение воды, близким к нейтральному, необходимо как для нормального протекания некоторых процессов её очистки, так и для использования её в быту и промышленности. Вода с низким значением рН склонна к вспениванию.

Большое значение для нормального протекания в воде различных биологических и физико-химических процессов имеет постоянство рН. В природных водах оно обеспечивается наличием в них буферной системы, состоящей из растворённой в воде углекислоты и бикарбонатов (H_2CO_3 - HCO_3^-). Ёмкость бикарбонатной буферной смеси в природной воде не особенно велика, но всё же даёт возможность мало изменять рН воды при различных процессах её обработки: хлорировании, коагулировании и т.д.

Значение рН воды определяют при помощи индикаторов: лакмусовой бумаги, растворов метилоранжа, фенолфталеина, бумаги Конгорот, раствора розовой кислоты и т.д.

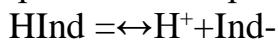
Таблица 5

Цвет индикаторов в зависимости от реакции воды

Индикаторы	Нейтральная реакция	Щелочная реакция	Кислая реакция
Лакмусовая бумага	Желтый	Синий	Красный
Метилоранж	Оранжевый	Желтый	Розово-красный
Фенолфталеин	Бесцветный	Малиновый	Бесцветный
Конгорот	Фиолетовый	Яркокрасный	Синий

Колориметрический метод определения рН. Он основан на изменении окраски индикаторов в зависимости от концентрации ионов водорода. Использующиеся при этом индикаторы рассматриваются как слабые кислоты, у которых окраска недиссоциированных молекул HInd иная, чем анионов Ind-, образующихся при диссоциации.

Концентрация HInd и Ind- зависит от концентрации H⁺-ионов в растворе. Индикатор кислота диссоциирует



Состояние равновесия между этими формами характеризуется константой диссоциации:

$$K = [\text{H}^+][\text{Ind}^-]/[\text{HInd}]$$

При значительной концентрации ионов водорода в растворе диссоциация слабой кислоты уменьшается (действие одноименного иона), и окраску раствору придают молекулы HInd индикатора. В щелочной среде –

при незначительной концентрации H^+ -ионов степень диссоциации слабой кислоты увеличивается, и окраску раствору придают анионы Ind^- .

Окраска индикатора меняется в определенном интервале рН. Подбрав индикаторы, можно получить шкалу для измерения рН из растворов с заранее известным рН. Прибавляя, определенное количество индикатора, к исследуемому раствору и сравнивая полученную окраску с эталонными растворами, можно определить рН с точностью до 0,1. Для каждого индикатора существует вполне определенные границы изменения его окраски (таблица 6).

Для определения рН в природных водах используются главным образом четыре индикатора: метиловый красный, бромтимоловый синий, феноловый красный, тимоловый синий.

Таблица 6
Индикаторы для колориметрического определения рН

Сокращенное название	Химическое название	Область перехода	Изменение окраски	Концентрация индикатора, %
Тимоловый синий	Тимолсульфофтальеин	1,2-2,8	Красный - желтый	0,04
Бромфеноловый синий	Тетрабромфенол сульфофтальеин	3,0-4,6	Желтый-синий	0,04
Метиловый красный	Ортокарбоксилбензолазодиметиланилин	4,4-6,0	Красный - желтый	0,02
Бромкрезоловый пурпурный	Дибромортокрезол-сульфофтальеин	5,2-6,8	Желтый-синий	0,04
Бромтимоловый синий	Дибромтимолсульфофтальеин	6,0-7,6	Желтый-синий	0,04
Феноловый красный	Фенолсульфофтальеин	6,0-8,4	Желтый-красный	0,02
Крезоловый красный	Ортокрезолсульфофтальеин	7,2-8,8	Желтый-красный	0,02
Тимоловый синий	Тимолсульфофтальеин	8,0-9,6	Желтый-синий	0,04

2. Определение жесткости воды

Жесткость обуславливается содержанием в воде растворенных в ней солей щелочноземельных металлов: кальция и магния.

Очень часто важно знать, преобладает ли в воде так называемая «временная» (карбонатная) жесткость, или же «постоянная» (некарбонатная) жесткость. С этой целью кипятят определенный объём воды (200 мл) в стакане или колбе, если при этом появится обильный осадок, то это с несомненностью указывает на преобладание «временной» жесткости. Если же при кипячении осадка нет, или его получается мало, то это указывает на то, что исследуемая вода представляет собой очень чистую мягкую воду, или

же она представляет воду с преобладающей «постоянной» жесткостью. «Постоянная» жесткость обуславливается кальциевыми и магниевыми солями серной, соляной, азотной кислот.

В настоящее время жесткость воды оценивают в мг-экв/л: 1мг-экв/л жесткости отвечает 20,04 мг/л Са-ионов или 12,16 мг/л Mg-ионов. Жесткость равная 1 мг-экв/л соответствует 2,8°(прежде жесткость было принято выражать в особых условных единицах, называемых «градусами жесткости» и обозначали «°»). Хорошая питьевая вода должна иметь жесткость не выше 12°, в исключительных случаях она может доходить до 20°, но не выше, причем предпочтительнее, чтобы жесткость была временная, а не постоянная.

Определение карбонатной жесткости. Метод основан на связывании ионов HCO_3^- и CO_3^{2-} кислотой в присутствии метилоранжа. В водах, в которых $\text{HCO}_3^- \leq (\text{Ca}, \text{Mg})$, карбонатная жесткость будет соответствовать общей жесткости.

В коническую колбу на 250 мл пипеткой отмерить 100 мл исследуемой воды, внести 2-3 капли метилоранжа и титровать пробу 0,1 н. раствором HCl до перехода желтой окраски в оранжевую. Карбонатную жесткость рассчитывают по формуле:

$$\text{Жк} = V_1 N_1 1000 / V_2,$$

Где Жк- карбонатная жесткость, мг-экв/л;

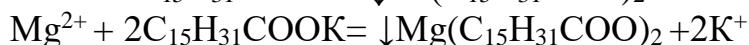
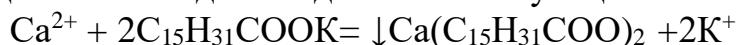
V_1 -Объем рабочего раствора соляной кислоты, ушедший на титрование пробы, мл;

N_1 -нормальность рабочего раствора HCl;

V_2 -объём пробы, мл.

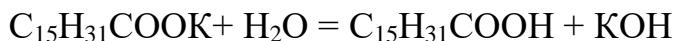
Определение общей жесткости воды. Общая жесткость воды может быть вычислена по содержанию Ca и Mg, однако ввиду того, что методы точного определения Ca и Mg являются трудоёмкими и длительными, часто кальций и магний отдельно не определяют, а находят общую жесткость более простыми и быстрыми методами.

Широкое распространение получил на практике метод определения общей жесткости воды титрованием спиртово-глицериновым раствором пальмитата ($\text{C}_{15}\text{H}_{31}\text{COOK}$) или стеарата ($\text{C}_{17}\text{H}_{35}\text{COOK}$) калия. Этот метод основан на малой растворимости пальмитинокислых и стеаринокислых солей кальция и магния. При титровании воды раствором пальмитинокислого или стеаринокислого калия ионы кальция и магния осаждаются из воды в виде соответствующих солей:



Перед титрованием воды пальмитатом или стеаратом калия разрушают содержащиеся в ней ионы HCO_3^- титрованием соляной кислотой и удаляют свободную углекислоту кипячением воды или путём продувания воздуха, так как они мешают определению. В качестве индикатора применяется фенолфталеин. Когда все ионы кальция и магния будут осаждены, избыток

пальмитата или стеарата калия обусловит вследствие гидролиза щелочную реакцию воды:



Вследствие этого фенолфталеин окрасит воду в розовый цвет.

Жесткость воды вычисляют по формуле:

$$X = V \cdot 10 \cdot H,$$

Где Х-общая жесткость воды в мг-экв,

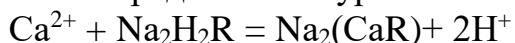
V- расход раствора пальмитата или стеарата в мл на титрование 100 мл исследуемой воды,

H-нормальность раствора пальмитата или стеарата калия.

Комплексонометрический метод

Наиболее точный и более распространённый метод определения общей жесткости – это комплексонометрический, основанный на образовании ионами кальция и магния прочных внутрикомплексных соединений с трилоном Б. В качестве индикатора используются эриохром черный, кислотный хромсий К, кислотный хромтемносиний

Схематически взаимодействие трилона Б с ионами кальция (магния) может быть представлено уравнением:



При титровании данного металла изменение окраски происходит в точке эквивалентности (таблица7).

Таблица 7

Цвета растворов индикаторов в щелочной среде

Индикатор	Цвет	
	В присутствии Ca^{2+} и Mg^{2+}	При отсутствии Ca^{2+} и Mg^{2+}
Эриохром черный	Винно-красный	Синий с зеленоватым оттенком
Кислотный хромсий К	Розово-красный	Сиреневый
Кислотный хромтемносиний	Розово-красный	Синеватосиреневый

Используемые для данного определения индикаторы являются чувствительными реактивами также и на многие тяжёлые металлы, вследствие чего последние мешают определению кальция и магния. Присутствие железа мешает определению при содержании более 1 мг/л, алюминия- при содержании более 2 мг/л. Особое внимание следует обратить на содержание меди, даже следы которой не позволяют провести определение. Для устранения влияния ионов меди в отмеренную для титрования пробу воды прибавляют 1 мл 5-10%-ного раствора Na_2S , а в случае присутствия марганца -5 капель 1%-ного раствора хлорида гидроксиамина.

В коническую колбу ёмкостью 250 мл отмеривают пипеткой необходимый объём исследуемой воды с таким расчетом, чтобы в нем содержалось не более 0,5 мг-экв кальция и магния. К анализируемой воде прибавляют 5 мл буферного раствора (буферный раствор готовят по

методике [15]) и 0,1 г смеси индикатора с NaCl. Раствор перешивают и медленно титруют 0,025 M раствором трилона Б до изменения окраски жидкости, свойственной данному индикатору в присутствии ионов кальция и магния.

Общую жесткость вычисляют по формуле:

$$X = V_1 2M \cdot 1000 / V$$

где V_1 - объем раствора трилона Б молярности M , израсходованный на определение, мл;

V -объем исследуемой воды, мл

Снижение содержания ионов кальция и магния в воде (умягчение) может достигаться применением реагентных, ионного обмена и термических методов (таблица 8).

Таблица 8

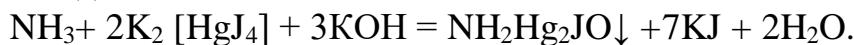
Характеристика некоторых методов, используемых для умягчения воды

Наименование показателей	Термический	Реагентный	Катионитный
Характеристика процесса	Воду нагревают выше 100°C. При этом удаляется карбонатная и часть некарбонатной жесткости в виде карбоната кальция, гидроксида магния и гипса	В воду добавляют известь, устраняющую карбонатную, магнезиальную жесткость, а также соду, удаляющую некарбонатную жесткость	Умягченная вода пропускается через катионитовые фильтры
Назначение метода	Устранение карбонатной жесткости из воды	Неглубокое умягчение воды при одновременном осветлении ее от взвешенных веществ	Глубокое умягчение воды, содержащей незначительное количество взвешенных веществ
Расход воды на собственные нужды	-	Не более 8,5–10%	До 30% и более пропорционально жесткости исходной воды
Условия эффективного применения а)мутность воды, мг/л	До 50	До 400-500	Не более 10-15
	Карбонатная жесткость с		

б)жесткость воды, мг-экв/л	преобладанием Ca(HCO ₃) ₂ , некарбонатная жесткость только в виде гипса	От 5 до 30	Не выше 14
в)остаточная жесткость воды, мг-экв/л	Карбонатная жесткость до 0,035, гипс до 0,070	До 0,5-0,7	До 0,035-0,050
г) температура воды, °C	До 200-270	До 40-90	До 30(глауконит), до60(сульфоугли)

3.Определение свободного аммиака

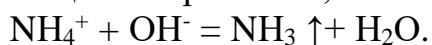
Качественное определение. Метод определения аммиака и ионов аммония основан на том, что реагент Несслера K₂[HgJ₄] + KOH даёт с аммиаком, в зависимости от концентрации последнего, окраску от светло-желтой до бурой; при большом содержании аммиака выпадает красно-бурый осадок:



Реакция чрезвычайно чувствительна. Она обычно рекомендуется для определения следовых количеств ионов аммония, так как в присутствии избытка аммонийных солей осадок может раствориться. Реакцию лучше проводить на часовом стекле, следует иметь в виду, что обнаружению иона аммония мешают ионы металлов образующие цветные гидроксиды, так как в состав реагента входит щелочь. Рекомендуется проводить реакцию после отделения или маскировки металлов.

К 100 мл исследуемой воды прибавляют 1мл реагтива Несслера* и тщательно перемешивают стеклянной палочкой. Если вода содержит аммиак, то образуется, иногда по прошествии нескольких минут, слабо желтое или желтовато-буровое окрашивание. Если эта качественная проба обнаружила присутствие аммиака, то определяют количественно его содержание

Реакция со щелочью. Ионы аммония при действии щелочи, содержащейся в реагенте, также переходят в аммиак:



Выделение аммиака может быть обнаружено по запаху или по посинению лакмусовой бумаги, находящейся над отверстием пробирки. Эта реакция является специфической на ион аммония, однако может быть использована лишь при обнаружении больших количеств иона аммония.

*Реактив Несслера готовят следующим образом: Растворяют 115г HgJ и 80 г KJ в достаточном количестве воды и доводят объём до 500 мл. Прибавляют 500 мл бн. раствора NaOH и сливают раствор с осадка, могущего образоваться при стоянии. Запасной раствор хранят в тёмном месте.

Количественное определение. Количественное определение аммиака проводят титриметрическим методом с использованием 40 %-ного раствора формальдегида и фенолфталеина в качестве индикатора.

К исследуемой воде, содержащей аммиак или соли аммония добавляют избыток формальдегида, в результате чего протекает следующая реакция с образованием эквивалентного количества ионов водорода и гетероциклического соединения-уротропина:



Образовавшиеся ионы водорода титруют стандартным раствором гидроксида натрия. Так как уротропин проявляет свойства очень слабого основания ($K=1,4 \cdot 10^{-9}$), то в конечной точке титрования pH среды будет равно приблизительно 9, поэтому в качестве индикатора берут фенолфталеин.

Содержание аммиака(азота, соли аммония) вычисляют по формуле:

$$X = V_1 \mathcal{E} N / 1000$$

где V_1 -объем раствора щелочи нормальности N, израсходованный на определение, мл;

$$\mathcal{E}-\text{эквивалент аммиака (азота, аммония)} = 17,03 \text{ г/моль} (14,01 ; 18,04)$$

4. Определение азотистой кислоты

Азотистая кислота и азотистокислые соли являются продуктами распада белковых веществ и поэтому присутствие азотистой кислоты является одним из признаков, указывающих на недоброкачественность воды. Необходимо однако принять во внимание, что азотистокислые соли могут, подобно аммиаку, образоваться из азотнокислых воздействием металлов: железа, свинца или цинка (в трубопроводах) и поэтому если даже присутствие азотистой кислоты в воде и обнаружено, надо сперва убедиться, что вода не соприкасалась с указанными металлами и не содержит в растворе данных металлов и что следовательно, находящаяся в воде азотистая кислота не минерального, а органического происхождения, т.е. образовалась вследствие разложения азотистых органических веществ под влиянием жизнедеятельности микроорганизмов.

В цилиндр, высотой 20 см, наливают 100 мл исследуемой воды и наблюдают образуется ли и как скоро, синее окрашивание при добавлении к воде 3мл смеси растворов иодистого цинка и крахмала и 2мл разбавленной серной кислоты. Если вода окрашивается тотчас или по прошествии не более 2 минут в голубой цвет, то это служит характерным признаком присутствия в воде азотистой кислоты. По интенсивности окрашивания можно судить о большем или меньшем её содержании в воде.

Ещё один из наиболее подходящих методов определения нитрит-ионов является колориметрический метод Грисса, отличающийся большой чувствительностью. Этот метод основан на образовании азокрасок при взаимодействии в кислой среде нитрит-ионов и ароматических аминов. При определении пользуются раствором, содержащим сульфаниловую кислоту, α-нафтиламин и уксусную кислоту (реактив на нитриты).Этот раствор даёт с нитрит-ионами розовую азокраску.

Содержание нитрит-иона определяют следующим образом: Отмеряют в цилиндр 100 мл исследуемой воды и прибавляют 5мл реактива на нитриты. В

другой цилиндр отмеряют определенный объём рабочего стандартного раствора, содержащего 0,01 мг NO_2^- в 1 мл, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл и прибавляют 5 мл реактива на нитриты.

Через 20 минут сравнивают окраску исследуемой воды с окраской раствора, полученного во втором цилиндре. Содержание нитрит-ионов вычисляют по формуле:

$$X = h_2 \cdot 0,01 \cdot a \cdot 10 / h_1$$

Где X – содержание нитрит-ионов в исследуемой воде в мг/л;

h_2 – высота стандартного раствора в цилиндре колориметра;

h_1 – высота исследуемой воды;

a – объём рабочего стандартного раствора NaNO_2 (в 1 мл которого содержится 0,01 мг NO_2^-).

Ориентировочное определение содержания нитрит-ионов в исследуемой воде можно произвести по характеру окрашивания воды при прибавлении реактива на нитриты, без сравнения окраски с окрасками стандартных растворов или с окрасками светофильтров. Для этого к 10 мл исследуемой воды прибавляют в пробирке 0,5 мл реактива Грисса и через 20 минут наблюдают сверху вниз окраску полученного раствора. Примерное содержание NO_2^- в исследуемой воде определяют, пользуясь таблицей 9.

Таблица 9

Определение содержания нитрит-ионов по окрашиванию воды с реагентом Грисса

Цвет раствора	Содержание NO_2^- в мг/л
Едва заметное розовое окрашивание	Менее 0,1
Слаборозовый	0,01 – 0,1
Розовый	0,1 - 0,2
Яркорозовый	0,2 – 0,5
Красный	Более 0,5

5. Определение азотной кислоты

Нитрат ион- анион одной из самых сильных минеральных кислот. Все соли азотной кислоты растворимы в воде, за исключением основных солей висмута(III).

Реакция с дифениламином. Нитрат ион в кислой среде окисляет дифениламин, что сопровождается появлением интенсивно синей окраски. На чистое и сухое часовое стекло помещают 2-3 капли дифениламина в концентрированном растворе серной кислоты, туда же добавляют 2 капли анализируемого раствора. Появляется интенсивно синяя окраска, реакции мешают сильные окислители: арсенат-ионы, ионы железа (III), иодид ионы, окисляющиеся в условиях реакции концентрированной серной кислотой.

Ускоренный колориметрический метод определения с салициловой кислотой. Этот метод основан на реакции между салициловой кислотой и нитрат-ионами с образованием нитропроизводных фенола, которые образуют со щелочами соединения, окрашенные в желтый цвет. Перед определением

содержания нитрат-ионов исследуемая вода должна быть соответствующим образом подготовлена. Подготовка заключается в следующем:

а) если вода окрашена, то к ней добавляют гидроокиси алюминия из расчета 0,1 г гидроокиси на 100 мл воды, взбалтывают и отстаивают осадок в течение 2 часов;

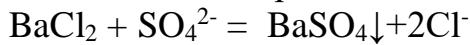
б) при жесткости воды более 0,7 мг-экв/л, но менее 3,56 мг-экв/л, а также при содержании железа более 0,5 мг/л или свободной углекислоты более 5 мг/л в пробу воды при определении добавляют 8-10 капель 30%-ного раствора сегнетовой соли.

При жесткости воды более 3,56 мг-экв/л воды нужно умягчить, прибавляя раствор, содержащий в 300 мл дистиллированной воды 100 г кальцинированной соды и 50 г едкого натра. Этот раствор прибавляется из расчёта 2 мл на 100 мл исследуемой воды. Образующемуся осадку дают отстаиваться в течение 2 часов. При небольшой цветности воды вместо её обесцвечивания можно вести колориметрирование с компенсацией цветности.

Определение проводится следующим образом: Отмеряют специальной пипеткой 1 мл исследуемой воды в фарфоровую чашку и выпаривают досуха, не допуская прокаливания (при рН ниже 7,0 воду нужно подщелочить до рН 7,5-8,4). По охлаждении к сухому остатку прибавляют 3 капли 10%-ного спиртового раствора салициловой кислоты и 0,5 мл концентрированной серной кислоты. Сухой остаток тщательно растирают с прибавленными реактивами при помощи стеклянной палочки по всей поверхности выпаренного остатка, как по дну, так и по стенкам чашки. После 5-минутного стояния прибавляют 5 мл дистиллированной воды и 3 мл 30%-ного раствора едкого натрия. Содержимое чашки хорошо перемешивают, затем переливают в пробирку с меткой на 10 мл, после чего доливают до метки дистиллированной водой, вторично перемешивают, полученную окраску сравнивают с эталонами жидкой шкалы.

6. Определение содержания серной кислоты

Качественное определение. Реакция с хлоридом бария:



BaCl_2 образует сульфат-ионом белый осадок, нерастворимый в кислотах, этим BaSO_4 отличается от бариевых солей всех других анионов. Реакции мешают ионы SO_3^{2-} , так как в этом случае при подкислении выпадает белый осадок BaSO_3 .

Количественное определение. Обычный пример весового или титриметрического определения хотя и не представляют никаких трудностей, но тем не менее требует точных химических весов (аналитических) и сравнительно хорошо оборудованной химической лаборатории.

Вместе с тем количественное определение содержания серной кислоты в воде представляется весьма важным, так как значительная постоянная жесткость или значительное содержание гипса или серномагнезиальной соли, а также и большое содержание сернокислого натра (глауберовой соли) делают воду мало пригодной для питья.

Весовой метод основан на ничтожно малой растворимости сернокислого бария в воде. К исследуемой воде добавляют хлористый барий, причем ион SO_4^{2-} осаждается в виде BaSO_4 . По весу образовавшегося BaSO_4 вычисляют содержание сульфат-ионов в исследуемой воде. Несмотря на всю простоту, этот метод относится к числу наименее точных весовых методов. Дело в том, что сульфат бария никогда не получается чистым, а всегда содержит посторонние вещества вследствие явления соосаждения. Изучению процесса осаждения сернокислого бария посвящено огромное количество работ, но несмотря на это не найдено общих условий осаждения, дающих возможность получать чистый осадок при осаждении сульфата бария в присутствии посторонних электролитов в растворе, из которого производится осаждение.

Ориентировочное представление о содержании сульфат-иона в исследуемой воде приводится в таблице 10.

Таблица 10

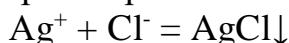
Определение содержания сульфат – иона по характеру осадка

Характер осадка	Содержание сульфат-ионов в мг/л
Слабая муть, появляющаяся через несколько минут	1 - 10
Слабая муть, появляющаяся сразу	10 – 100
Сильная муть	100 – 500
Осадок, который быстро осаждается на дно пробирки	Более 500

7. Определение содержания хлора

Качественное определение. Реакция с нитратом серебра. При действии нитрата серебра на ионы хлора выпадает белый творожистый осадок хлорида серебра AgCl , нерастворимый в кислотах, но растворимый при действии веществ, способных образовывать комплексы (NH_3 , KCN , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$)

Количественное определение. В полевых и полустационарных условиях, так же как и в стационарных условиях ионы хлора определяют путем титрования раствором азотнокислого серебра. Этот метод основан на малой растворимости хлористого серебра:

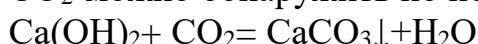


В качестве индикатора при титровании применяют хромовокислый калий K_2CrO_4 , который даёт с ионами серебра труднорастворимую соль Ag_2CrO_4 красного цвета.

8. Определение содержания свободной углекислоты

Качественное определение. Реакция с кислотами. Кислоты разлагают карбонаты с выделением CO_2

CO_2 можно обнаружить по помутнению известковой воды:



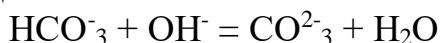
Количественное определение. Проба воды, из которой производится определение свободной углекислоты, обязательно должна быть отобрана с

предосторожностями. Общепринятый объёмный метод определения свободной углекислоты основан на реакции:



К пробе воды прибавляют строго определенное количество фенолфталеина и титруют раствором едкого натра. Когда закончится указанная выше реакция, pH титруемого раствора будет 8,4. Этой концентрации ионов водорода отвечает вполне определенная окраска, соответствующая прибавленному количеству фенолфталеина.

При дальнейшем прибавлении раствора едкого натра происходит реакция:



При этом pH становится больше 8,4 и окраска раствора становится более яркой. Однако резкого изменения окраски при этом не происходит, поэтому для точного установления конца реакции титрование производят до совпадения окраски титруемого раствора с окраской специально приготовленного стандартного раствора. В связи с тем, что во время титрования часть свободной углекислоты может улетучиться, титрование необходимо вести в закрытой колбе.

9. Определение содержания гидрокарбонат – иона

Содержание гидрокарбонат – иона определяют объёмным методом: титрованием соляной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого. Содержание гидрокарбонат – ионов вычисляют по формуле:

$$X = a * T * 10,$$

Где X – содержание гидрокарбонат – ионов

a – расход соляной кислоты на титрование 100 мл исследуемой воды.

T - титр раствора

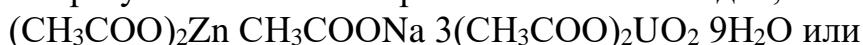
Карбонат и гидрокарбонат ионы при совместном присутствии определяют обычно путём титрования воды соляной кислотой. Это определение основано на реакциях:



10. Определение содержания иона натрия

Большинство солей натрия хорошо растворимы в воде, поэтому реакции, основанные на образовании малорастворимых соединений, для натрия весьма немногочисленны.

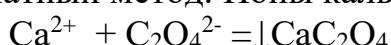
Реакция с цинкуринилацетатом. Поместив на предметное стекло каплю исследуемого раствора добавляют цинкуринилацетат, который с солями натрия образует желтоватый кристаллический осадок, отвечающий формуле:



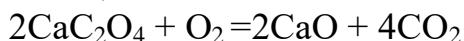
Реакция весьма чувствительна.

11. Определение содержания иона кальция

Наиболее распространённым методом определения кальция является оксалатный метод. Ионы кальция осаждают щавелевокислым аммонием:

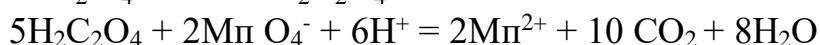
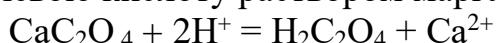


Осадок щавелевокислого кальция отфильтровывают и промывают. Далее определение ведут или весовым или объемным методами. При весовом анализе осадок щавелевокислого кальция превращают прокаливанием в окись кальция:



Образовавшуюся окись кальция взвешивают непосредственно после доведения до постоянного веса, или же сначала переводят в сернокислый кальций действием серной кислоты, а затем уже взвешивают. При определении кальция весовым методом предварительно должны быть удалены железо и алюминий, если они содержатся в воде в заметных количествах.

Значительно чаще пользуются объёмным методом, при котором осадок оксалата кальция растворяют в серной кислоте и титруют образовавшуюся щавелевую кислоту раствором марганцевокислого калия:



Объёмный метод гораздо проще весового и в то же время даёт прекрасные результаты.

При большом содержании ионов магния в исследуемой воде вместе с оксалатом кальция в осадок может выпадать заметное количество и оксалата магния. В этом случае применяют двукратное осаждение.

12 Определение содержания иона магния

Качественное определение

При действии на ион магния фосфатов в аммиачной среде выпадает белый кристаллический осадок состава: MgNH_4PO_4 . Для Mg эта реакция является специфической. Соль аммония добавляют для того, чтобы при действии аммиака не образовался осадок гидроксида магния.

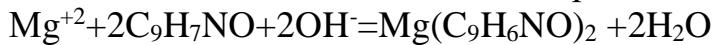
Количественное определение

Ионы магния можно определять весовым методом осаждением его фосфорнокислым натрием в присутствии аммиака.

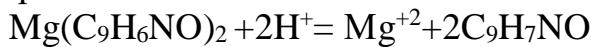
В настоящее время широкое распространение получил оксихиноловый метод определения магния. Этот метод применяется при точных и арбитражных анализах вод источников водоснабжения и вод хозяйственно-питьевых и промышленных водопроводов.

Принцип метода заключается в осаждении магния в виде оксихинолята с последующим бромированием последнего бромид-броматной смесью и определением избытка брома иодометрическим методом. Оксихинолин со многими металлами (алюминий, цинк, железо, никель, кобальт, кальций, магний, марганец) образует соединение типа $(\text{C}_9\text{H}_6\text{ON})_n\text{Me}$, где n – валентность металла.

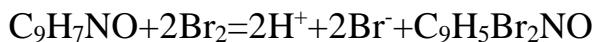
Реакция осаждения ионов магния протекает по уравнению



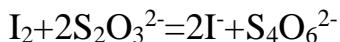
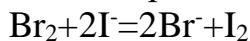
Образовавшийся осадок оксихинолята магния промывают и растворяют в соляной кислоте:



Образовавшийся при растворении оксихинолин бромируют бромид-броматной смесью:



Иодометрическое определение избытка брома основано на реакциях:



Из приведенных уравнений видно, что каждый ион магния отвечает 8 атомам свободного брома. Один атом свободного брома, в свою очередь, при иодометрическом определении отвечает одному электрону, таким образом, эквивалентный вес магния будет равен 1/8 его атомного веса, т.е. $24,32/8=3,04$.

13. Определение содержания железа

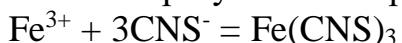
Качественное определение. Железо обнаруживают с помощью гексацианоферрата (II) калия. Реагент образует с железом(III) темно синий осадок «берлинской лазури». Течению этой важнейшей реакции благоприятствует умеренное подкисление раствора. Слишком сильное подкисление не рекомендуется: осадок при этом растворяется, как и при добавлении большого избытка реагента. Щелочи разлагают берлинскую лазурь с выделением гидроксида железа.

Железо(II) обнаруживают с помощью гексацианоферрата (III) калия, образуется осадок синего цвета «турнбулевая синь».

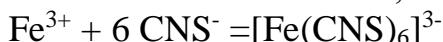
Для полного определения железа железо(II) переводят в железо(III) окислением азотной кислотой или действием перекиси водорода в щелочной среде.

Количественное определение.

Не существует методов для количественного определения всех форм, в виде которых может присутствовать железо в природных водах. Имеющиеся методы позволяют определять только общее содержание закисного (двуихвалентного) железа и общее содержание окисного (трехвалентного) железа. Наиболее распространенным методом определения является колориметрический с роданистым аммонием. Он основан на том, что роданистый аммоний даёт с ионами трехвалентного железа красное окрашивание в результате образования роданового железа:



или комплексных ионов, например:



Обычно определяют отдельно окисное железо и общее содержание железа. Для определения общего содержания двухвалентное железо предварительно окисляют до трехвалентного. Двухвалентное железо вычисляют по разности между общим содержанием железа и содержанием трехвалентного железа.

Ориентировочное определение общего содержания железа в исследуемой воде. К 10 мл исследуемого раствора в пробирке прибавляют 2-3 капли концентрированной соляной кислоты и несколько кристаллов

персульфата аммония или же 1-2 капли 3%-ной перекиси водорода и смесь взбалтывают. Затем добавляют 0,2 мл 50%-ного раствора роданистого аммония и снова смесь взболтать. По интенсивности полученного окрашивания определяют примерное содержание железа, пользуясь таблицей 11.

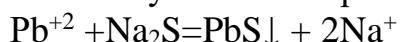
Таблица 11
Определение содержания железа по окрашиванию воды с роданистым аммонием

Цвет раствора	Содержание железа в мг/л
Окрашивания нет	Менее 0,05
Едва заметный желтовато-розовый	0,05 – 0,1
Слабый желтовато-розовый	0,1 – 0,5
Желтовато-розовый	0,5 – 1,0
Желтовато-красный	1,0 – 2,0
Красный	Более 2,0

14. Определение содержания тяжелых металлов

Определение содержания свинца

Определение содержания свинца сернистым натрием основан на образовании черного окрашивания при добавлении сернистого натрия и на сравнении полученного окрашивания со стандартным раствором.



В качестве стандартного раствора берут раствор азотнокислого свинца каждый миллилитр которого содержит 0,1 мг Pb (0,160 г Pb(NO₃)₂ в 100 мл дистиллированной воды).

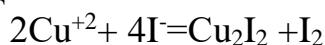
Ход определения. В стакан емкостью 200 мл вливают 100 мл исследуемой воды, в другой такой же стакан – 100 мл дистиллированной воды. К обеим пробам прибавляют по 10 мл уксуснокислого раствора хлористого аммония (100 г NH₄Cl в 10 мл чистой концентрированной уксусной кислоты, растворенной в 500 мл воды) и по 2 капли раствора сернистого натрия. Затем в стакан с дистиллированной водой прибавляют из бюретки такое количество азотнокислого свинца, чтобы цвет жидкости в обоих стаканах стал одинаковым.

1 мл израсходованного раствора свинца равен 1 мг свинца, отнесенному к 1 л воды. Определение свинца по этому методу можно проводить только в отсутствии меди.

Определение содержания меди

Метод основан на сравнении окраски исследуемой воды при прибавлении к ней раствора диэтилдитиокарбамата натрия с окраской растворов вод с известным содержанием меди в тех же условиях.

Также известен метод титrimетрического определения меди с использованием окисления ионов иода. В процессе титрования протекает реакция:



Выделившийся иод титруют тиосульфатом натрия. Так как количество выделившегося иода эквивалентно количеству меди, то по расходу титранта можно непосредственно рассчитать количество меди в растворе.

Определение содержания цинка

Наиболее распространенным методом определения цинка является титриметрический с использованием ЭДТА. Он основан на том, что ЭДТА даёт с ионами цинка комплексное соединение синего цвета при pH 10-11 в присутствии металлохромного индикатора- эриохром черного В процессе титрования протекает реакция:



Где H_2Y^{2-} -двунатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты (ЭДТА), которую называют также комплексоном III.

К аликовотной части исследуемой воды, содержащей цинк, в колбе для титрования добавляют мерным цилиндром 20 мл аммиачного буфера с pH 11 и небольшое количество сухой смеси индикатора эриохром черного с хлоридом натрия, после чего титруют полученный раствор стандартным раствором ЭДТА до перехода вино-красной окраски раствора в синюю от последней капли титранта. Перед конечной точкой титрование следует проводить по каплям, выжидая после каждого добавления не менее 10 секунд.

Титрованию не мешают катионы щелочных металлов, аммония, серебра, таллия. Мешающее влияние других катионов устраняется введением подходящих маскирующих агентов.

Определение содержания алюминия

Определение содержания алюминия в исследуемой воде проводят с использованием метода обратного титрования. Прямое титрование ионов алюминия раствором ЭДТА мало удобно вследствие того, что реакция комплексообразования протекает слишком медленно.

Аликовоту исследуемой воды переносят в колбу для титрования, добавляют к ней из burette 40 мл 0,05 н. стандартного раствора ЭДТА и нагревают на кипящей водяной бане в течение 5-ти минут(для ускорения реакции). Затем добавляют мерным цилиндром 25 мл ацетатного буфера и продолжают выдерживать на кипящей водяной бане ещё около 5 минут. После охлаждения раствора до комнатной температуры добавляют небольшое количество смеси индикатора ксиленолового оранжевого с хлоридом натрия и титруют стандартным раствором хлористого цинка (0,05н.) до резкого перехода желтой окраски раствора в оранжевую, переходящей от одной капли титранта в красную.

Содержание алюминия в исследуемой воде рассчитывают по формуле:

$$X_{\text{Al}} = (V_1 N_1 - V_2 N_2) \mathcal{E}_{\text{Al}} f / 1000,$$

где V_1 - объем стандартного раствора ЭДТА с нормальностью N_1 ;

V_2 -объем стандартного раствора хлористого цинка с нормальностью N_2 , с помощью которого оттитровывают избыток ЭДТА;

\mathcal{E} -эквивалент алюминия, равный $26,98 : 2 = 13,49$;

f -аликовотный множитель, равный $V_{\text{колбы}} / V_{\text{пипетки}}$.

Определение содержания молибдена

В природных водах молибден встречается главным образом в шестивалентной форме в виде MoO_4^{2-}

Определение молибдена в водах производится колориметрическим роданидным методом. Роданидный метод имеет несколько вариантов, которые отличаются применением разных восстановителей, органических экстрагентов, концентрациями и количеством добавляемых реагентов, введением в раствор некоторых водорастворимых органических жидкостей для стабилизации комплексного соединения молибдена с роданидом.

Метод основан на образовании оранжево-красного комплексного соединения пятивалентного молибдена с роданидом $\text{Mo}(\text{CNS})_5$. Восстановление Mo^{+6} до Mo^{+5} производится хлоридом олова. Это соединение пятивалентного молибдена экстрагируется в слой органического растворителя.

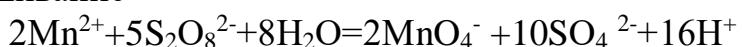
Наиболее эффективными растворителями являются бутилацетат и изоамиловый спирт. Удельный вес этих растворителей меньше единицы(бутилацетата 0,87, изоамилового спирта 0,81), следовательно экстракционный слой с извлечением роданидом молибдена располагается сверху экстрагируемого раствора. Это не всегда удобно при колориметрировании. Поэтому изоамиловый спирт иногда применяют не в чистом виде, а в смеси с четыреххлористым углеродом. Такая смесь обладает удельным весом, превышающим удельный вес воды, что создаёт возможность более быстрого и простого отделения экстрагента от водного раствора.

При необходимости определения малых количеств молибдена в природных водах(менее 2-3мкг/л) проводится предварительное обогащение пробы. При обогащении используется способность молибдена хорошо сорбироваться на гидрате окиси марганца (при рН 2) и на активированном угле (при рН 3). Концентрирование с помощью активированного угля при массовых анализах несколько более длительно, но зато технически проще, так как не требует нагревания.

На основании изложенного можно сделать вывод, что концентрирование молибдена активированным углем и использование в качестве экстрагента смеси изоамилового спирта и четыреххлористого углерода имеет преимущество при анализе вод с минерализацией примерно до 50 г/л. При анализе рассолов следует концентрировать молибден гидратом окиси марганца и пользоваться бутилацетатом в качестве экстрагента.

Определение содержания марганца

Этот метод основан на окислении солей марганца в марганцовую кислоту в подкисленном кипящем растворе солями надсерной кислоты в присутствии ионов серебра как катализатора; при этом появляется розовое окрашивание



Приготовление эталонного раствора. Этalonный раствор готовят разведением 0,001н. раствора марганцовокислого калия, который получают разбавлением 0,01н раствора специально приготовленной водой.

Воду для разведения готовят следующим образом: 100 мл дистиллированной воды подкисляют 10 мл концентрированной азотной кислоты, нагревают до кипения, прибавляют надсернокислого аммония (около 0,1 г) и 2 мл раствора азотнокислого серебра(1 мл соответствует 1 мг Cl), кипятят 10 минут и охлаждают.

Содержание марганца определяют следующим образом. Берут 100-200-400 мл испытуемой воды, подкисляют 1 мл азотной кислоты, выпаривают в фарфоровой чашке на водяной бане досуха; эту операцию повторяют три раза для удаления хлоридов. Остаток растворяют в 10 мл горячей дистиллированной воды, слегка подкисляют азотной кислотой, фильтруют в мерную колбу вместимостью 100 мл через беззолльный фильтр (с синей лентой), предварительно тщательно промытый дистиллированной водой. Фильтр с осадком промывают несколько раз небольшими количествами дистиллированной воды так, чтобы общее количество фильтрата не превышало 30 мл. Фильтрат нагревают до кипения, прибавляют около 0,1 мг надсернокислого аммония и кипятят для разрушения органических веществ, затем прибавляют 2-3 капли раствора азотнокислого серебра (1 мл соответствует 1 мг Cl) и немного надсернокислого аммония, а затем еще несколько минут поддерживают кипячение; в случае наличия марганца появляется розовое окрашивание.

Раствор в колбе охлаждают , доводят до метки дистиллированной водой, переливают в цилиндр Генера и сравнивают образующуюся окраску с эталонными растворами.

Содержание марганца вычисляют по формуле:

$$X = V_1 \cdot 0,011 \cdot h_1 \cdot 1000 / V h \text{ (мг/л)},$$

Где V_1 – число миллилитров 0,001 н. раствора марганцовокислого калия пошедшего на приготовление эталонного раствора;

V – объём воды, взятой для определения, мл;

h_1 – высота столба эталонного раствора в цилиндре Генера в см;

h – высота столба исследуемой воды в цилиндре Генера в см;

0,011 – содержание марганца в 1 мл рабочего раствора в мг.

Определение содержания мышьякодержащих веществ

Мышьяк встречается в природных водах в трехвалентной и пятивалентной форме, главным образом в виде анионов $H_2AsO_3^-$ и $H_2AsO_4^-$. Содержание мышьяка в водах обычно измеряется единицами мкг/л As и изредка достигает в минеральных водах нескольких мг/л.

Определение мышьяка основано на прямом титровании стандартным раствором иода в присутствии бикарбонатного буфера с pH 8. При титровании протекает следующая реакция:



К аликовотной части исследуемой воды, находящейся в колбе для титрования, добавляют около 1 г сухого бикарбоната натрия и 3-4 мл

крахмала, после чего титруют стандартным раствором иода из бюретки со стеклянным краном до устойчивой слабо-голубой окраски раствора, титрование повторяют несколько раз.

15. Определение содержания хрома

Содержание хрома в природных водах невелико и колеблется в пределах $n \cdot 10^{-1}$ - $n \cdot 10^0$. В сточных водах количество хрома может резко возрастать.

Содержание трехвалентного хрома в водах, предназначенных для питьевого водоснабжения не должно превышать $0,5 \text{ мг/л}$, шестивалентного не более $0,1 \text{ мг/л}$.

Метод основан на образовании цветной реакции с дифенилкарбазидом. Для определения хрома мешает ртуть при содержании более $0,05 \text{ мг/л}$ и медь при содержании более $0,5 \text{ мг/л}$.

Малое содержание хрома в природных водах вызывает необходимость его предварительного выделения. Для этой цели рекомендуется использовать окись магния, однако значительно лучшие результаты получаются при использовании гидрата окиси алюминия

Шестивалентный хром вычисляется по разности между содержанием суммы шести- и трехвалентного хрома и трехвалентным хромом. Чувствительность реакции позволяет определять хром в количестве 5 мкг/л при работе с 250 мл воды.

Приводимая ниже методика определения хрома применима к водам, предназначенным для питьевого водоснабжения.

Определение суммы Cr^{3+} и Cr^{6+}

К 250 мл исследуемой воды прибавляют 3-4 капли 2 н. серной кислоты и 5 мл сернистой кислоты, 1 мл 2,5 н. раствора сернокислого алюминия. Содержимое кипятят 15-20 мин. Для восстановления Cr^{6+} до Cr^{3+} . К горячему раствору добавляют 1-2 капли 0,1 % раствора метилового красного и 10% -ный раствор аммиака до перехода окраски раствора в отчетливую желтую. Происходит совместное выпадение гидроокисей хрома и алюминия. После осветления раствора его декантируют, осадок отфильтровывают, промывают 2-3 раза горячей водой, затем осадок смывают с фильтра водой в колбу или стакан, где производилось осаждение. Фильтр промывают 50 мл 0,2 н. горячим раствором серной кислоты (для растворения возможно оставшихся частичек гидроокисей), собирая раствор в ту же колбу, в которую был смыв осадок.

Содержимое колбы нагревают, в кипящий раствор добавляют 1 мл 2,5 н. раствора нитрата серебра, 10 мл свежеприготовленного персульфата аммония или калия, раствор кипятят 15-20 мин. и упаривают объем до 50 мл . После охлаждения раствор переносят в мерную колбу на 50 мл , доводят дистиллированной водой до метки и переливают в колориметрический цилиндр, в который прибавляют 1 мл 0,1%-ного раствора дифенилкарбазида. В другой цилиндр наливают 1 мл стандартного раствора бихромата калия, содержащего $0,01 \text{ мг}$ хрома, доводят 0,2 н. раствором серной кислоты до

уровня раствора в цилиндре с испытуемым раствором и прибавляют 1 мл дифенилкарбазида, после чего окраски растворов выравнивают.

Содержание хрома вычисляют по формуле:

$$X = h_1 \cdot v_1 \cdot C \cdot 1000 / h \cdot v, \text{ (мг/л)}$$

где h_1 -высота стандартного раствора;

v_1 - количество стандартного раствора, мл;

h - высота исследуемого раствора;

v - количество исследуемого воды, взятой на определение, мл;

C - концентрация стандартного раствора, мг/мл.

Определение Cr³⁺

Определение производят так же, как и суммарное определение, исключая восстановление сернистой кислотой.

Содержание хрома шестивалентного вычисляют по разности между суммой ($\text{Cr}^{3+} + \text{Cr}^{6+}$) и найденным содержанием Cr^{3+} .

Определение содержания фтора

Метод основан на способности фторидов изменять в кислой среде окраску ализаринциркониевой смеси от розовой до желтой. Сравнивая окраску подкисленной исследуемой воды после введения в нее ализаринциркониевой смеси с окраской растворов фторида натрия (с известным содержанием фтора) в тех же условиях, определяют содержание фтора в исследуемой воде.

Приготовление эталонной шкалы. В 10 цилиндрах бесцветного стекла с меткой на 50 и 10 мл вносят такое количество миллилитров раствора сернокислого натрия (1 мл содержит 10 мг сульфат ионов), которое нужно для того, чтобы при разведении его до 100 мл дистиллированной водой концентрация сульфат – ионов была равна концентрации сульфат – ионов в исследуемой воде. Объем доводят до метки, соответствующей 100 мл. Вносят в первый цилиндр 0,5 мл эталонного раствора фтористого натрия (1 мг фтор-ионов в 1 мл), во второй цилиндр – 1 мл, в третий – 2 мл, в четвертый – 3 мл и т.д. Добавляют в каждый цилиндр 5 мл 5 н. раствора соляной кислоты и после перемешивания содержимого цилиндра в каждый цилиндр вносят по 3 мл цирконийализаринового раствора, смесь снова перемешивают и оставляют стоять 2 часа.

Фтор-ион определяют следующим образом. Через час после приготовления шкалы в такой же цилиндр из бесцветного стекла, как те, в которых приготовлена шкала, наливают до метки, соответствующей 100 мл, исследуемую воду, добавляют в нее 5 мл 5 н. раствора соляной кислоты, 3 мл ализаринциркониевой смеси и после перемешивания пробу оставляют стоять в течение часа рядом с цилиндрами шкалы, чтобы температура исследуемой воды сравнялась с температурой растворов шкалы. Сравнивая по истечении часа окраску исследуемой воды с окраской растворов шкалы, устанавливают содержание ионов фтора.

Содержание фтора X в исследуемой воде определяют по формуле:

$$X = a \cdot 1000 / V, \text{ (мг/л)},$$

Где а-содержание фтора в миллиграммах цилиндра шкалы того раствора, который наиболее близок по окраске к испытуемой воде после прибавления к ней цирконийализаринового раствора;

V-объем воды, взятой для определения, в мл.

16.Определение содержания радиоактивности

Многие исследования природных вод показывают, что почти все воды более или менее радиоактивны. Радиоактивность воды обусловлена главным образом содержанием в воде незначительных количеств радиоактивных солей. Обычно в питьевых и хозяйственных водах радиоактивность не определяется, в то время как в минеральных водах определение радиоактивности в большинстве случаев имеет большое значение.

Радиоактивные вещества обнаруживают свойства в двух направлениях: они испускают лучи и образовывают газ, обозначаемый как эманация. Они подразделяются на естественные (K^{40} , Ra^{226} , Rn^{222} , U^{238}) и искусственные (Sr^{90} , Cs^{137}), возникшие вследствие ядерных взрывов.

Искусственные радиоактивные вещества в водах стали появляться в значительных количествах, начиная с 1954 г., после взрывов термоядерных бомб в атмосфере и ещё одним источником является производство плутония.

Таблица 12

Концентрации радиоактивных изотопов, естественного происхождения, в различных водах

Происхождение воды	K^{40} , мкмкюри	Ra^{226} , мкмкюри	Rn^{222} , мкмкюри	U^{238} , мкмкюри
Грунтовые воды	-	до 26	до 200	до 40
Источники и ручьи	-	до 139	до $7 \cdot 10^5$	до 4
Речные воды	7,7	0,01	0,2-0,3	0,005-0,01
Озерные воды	13	-	-	1,7
Водопроводная вода	10	0,4	-	-
Морская вода	300	0,02-0,3	-	0,2-9

17.Определение сухого остатка

Величина сухого остатка характеризует общее содержание в воде нелетучих веществ. Определение этой величины имеет большое значение для общего контроля результатов химического анализа.

Сухой остаток определяют следующим образом: в фарфоровую чашку ёмкостью 100 -150 мл, доведенную до постоянного веса при $180^{\circ}C$, отмерить пипеткой 25 мл 1%-ного раствора соды. В этой чашке выпарить на водяной бане вместе с раствором соды 100-250 мл исследуемой воды, добавляя последнюю по мере выпаривания. Остаток высушить до постоянного веса в термостате при $180^{\circ}C$, разница между двумя результатами взвешивания не должна превышать 1 мг. Таким же методом следует отдельно определить вес сухого остатка, получающегося от выпаривания 25 мл раствора соды, и вычесть этот вес при вычислении сухого остатка исследуемой воды.

18. Определение окисляемости воды

Окисляемость воды дает некоторое представление о количестве содержащихся в ней органических веществ. При загрязнении воды органическими веществами окисляемость ее увеличивается, поэтому величина окисляемости является одним из характерных показателей загрязнения воды.

Методы удаления органических веществ из вод можно разделить на две группы: окислительные и адсорбционные. В качестве окислителей применяют обычно марганцевокислый калий, озон, хлор, т.е. реагенты, применяемые и для обеззараживания воды.

Берут определенный объем воды и окисляют его марганцевокислым калием в строго стандартных условиях. Результаты иногда выражают прямо в миллиграммах марганцевокислого калия, необходимого для окисления 1 л воды, но чаще количество марганцевокислого калия перечисляют на эквивалентное количество кислорода, т.е. выражают окисляемость в миллиграммах кислорода, необходимого для окисления 1 л воды.

Адсорбционные методы извлечения из вод органических веществ основаны на применении активированного угля (АУ). При обработке воды АУ в статических и динамических условиях происходит снижение цветности воды, устраняются запахи и привкусы.

Определение органических примесей

Присутствие в воде значительного или незначительного количества органических веществ, в особенности легко разлагающихся, представляется очень неблагоприятным признаком с санитарной точки зрения, так как большая часть органических веществ вообще, а азотистых в особенности, обладает легкой способностью разлагаться и представляет подходящую питательную среду для различных микроорганизмов. Поэтому всякая вода содержащая различные органические примеси является испорченной и непригодной.

Так например 1 капля нефтепродуктов в 20 тоннах воды может сделать воду непригодной для питья.

Основным источником образования органических веществ в воде является гумус почв и торфа или же гуминовые соединения. Они представляют собой высокополимерные соединения циклического строения, состоящие главным образом из С, Н и О. Их можно представить себе как совокупность отдельных звеньев, содержащих бензольные, нафтиловые, фурановые ядра, кислородные мостики и функциональные группы (-COOH, -OH).

Нафтеновые кислоты. Нафтеновые кислоты являются существенным поисковым признаком месторождений нефти. В воде они содержатся в виде нафтенатов.

Для определения относительно больших количеств нафтеновых кислот ($>10\text{мг/л}$) применяют весовой метод, основанный на извлечении из воды нафтеновых кислот петролейным эфиром и взвешивании остатка после отгонки эфира. Определение малых количеств нафтеновых кислот

выполняют фотометрическим методом, позволяющим определять $2 \cdot 10^{-3}$ г нафтеновых кислот в исследуемом объёме воды.

Жирные кислоты. Природные воды могут в ряде случаев содержать заметное количество жирных кислот(муравьиной, уксусной и др.), которые титруются совместно с гидрокарбонат –ионом при определении общей щелочности. Для разделения суммы эквивалентов органических кислот и гидрокарбонат-иона, найденных титрованием в присутствии метилового оранжевого, производят прямое газометрическое определение иона HCO_3^-

Фенолы. В водах преимущественно определяется группа летучих фенолов, отгоняющихся вместе с водяным паром .Значение этой группы фенолов заключается в том, что из-за ядовитости фенолов даже незначительное их количество делает воду непригодной для питьевого водоснабжения. Содержание в природных водах фенолов характеризует их связь с промышленными сточными или нефтяными водами.

В настоящее время используется два метода определения фенолов колориметрическим методом.

Один из них основан на способности образовывать с диазотированной сульфаниловой кислотой окрашенные в желтый цвет соединения. Чувствительность метода позволяет определять в 1 л воды 100мкг фенола. Метод пригоден для вод разнообразной минерализации. Недостатком метода является неустойчивость окраски растворов стандартной шкалы.[20].

Другой метод основан на цветной реакции фенолов с диметиламиноантипирином (пирамидоном) и красной кровяной солью, и последующей экстракции окрашенного комплекса экстракционной смесью, состоящей из смеси хлороформа и изоамилового спирта. Чувствительность метода при работе с250 мл воды 10 мкг фенолов в 1л. Для определения меньших концентраций фенолов необходимо предварительное концентрирование (1л воды упаривать до 250-300мл).Мешающее влияние железа, сероводорода, органических соединений устраняют предварительной отгонкой фенола.

Этот метод пригоден для определения фенолов в природных водах, предназначенных для питьевых целей.

Процессы очистки воды, связанные с устранением нежелательных химических свойств воды

Удаление агрессивных газов.

Растворенные в воде газы (кислород, сероводород, углекислый газ) повышают её коррозионную активность и придают неприятный привкус и запах (H_2S , CH_4). Удаление углекислого газа, кислорода и сероводорода достигается аэрированием, а также обработкой воды соответствующими химическими реагентами. Аэрацию воды посредством её разбрызгивания используют в основном для удаления H_2S и CO_2 (кислород полностью удалить не удается). Как самостоятельный метод для очистки от H_2S аэрацию можно использовать только при малых его содержаниях, метод наиболее эффективен при $\text{pH} \leq 5$.

Химические методы в основном используют для обескислороживания воды, добавляя к ней различные восстановители (SO_2 , Na_2SO_3 , $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, гидразин). Для устранения сероводорода воду обрабатывают хлором. Для связывания избыточной углекислоты – известковым раствором, мелом или фильтруют через мраморную крошку, при избытке кислорода его удаляют фильтрованием через железную стружку, обработкой сернистокислым натрием или другими реагентами.

Очисткой воды в биохимических реакторах с последующим фильтрованием через слой зернистого материала можно практически полностью удалить H_2S , гидросульфиды, сернистые соединения.

Обезжелезивание.

Удаление железа и марганца достигается рядом способов.

В случае наличия в воде железа в виде бикарбоната обезжелезивание осуществляется с помощью аэрирования. Аэрация, совмещенная с подщелачиванием воды $\text{Ca}(\text{OH})_2$ или Na_2CO_3 и фильтрованием – универсальный метод позволяющий удалять Fe во всех его формах из природных вод.

В подземных водах железо в основном находится в виде $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_2$, в поверхностных водах - в виде тонкодисперсной взвеси гидроксида или входит в состав комплексных органических веществ.

Коллоидные органические соединения железа удаляются хлорированием с последующей обработкой воды коагулянтами.

Из воды, содержащей железо в виде некарбонатных солей, оно удаляется фильтрованием через H- или Ca-катиониты.

Соединения двухвалентного марганца, как и железа, окисляются кислородом воздуха.

Марганец можно удалять фильтрованием через пиролюзит с предварительным подщелачиванием воды известью, обработкой воды железными коагулянтами или фильтрованием через Mn-катионит.

Отдельную группу составляют методы удаления тяжёлых металлов: свинца, меди, хрома, а также ядовитых и органических веществ. Для удаления этих веществ, обладающих высокой токсичностью даже в очень низких концентрациях, требуются комбинированные методы очистки, основанные на процессах окисления, осаждения и адсорбции.

Умягчение воды достигается различными способами. Применяемые на практике приемы можно разделить на три группы: методы термической обработки, реагентные методы и методы ионного обмена (см.табл. 8).

Термические методы умягчения основаны на переходе бикарбонатов кальция и магния в малорастворимые карбонаты, выпадающие в осадок при кипячении воды.

В случае применения реагентных методов умягчения воды (введение в воду веществ, обогащающих его анионами), растворимые соли кальция и магния при помощи химических реагентов переводятся в нерастворимые соединения, и последние отделяются отстаиванием и фильтрованием.

Умягчение методом ионного обмена основано на обмене ионов кальция и магния, находящихся в воде, на ионы катионита (натрия или водорода), через который фильтруют умягчаемую воду.

Обескремнивание. Содержание H_2SiO_3 и её солей в природных водах обычно колеблется от 1 до 50-60 mg/l , высокие концентрации H_2SiO_3 и её солей вследствие образования накипи недопустимы в воде, используемой для питания паровых котлов высокого давления, а также в некоторых производствах. При применении извести можно уменьшить содержание кремния в воде до 0,3-0,5 mg/l . Почти полное обескремнивание воды (до 0,02-0,05 mg/l) может быть достигнуто путем ионного обмена.

Опреснение и обессолевание. Удаление солей из воды до предела, близкого к содержанию их в дистиллированной воде (доли или несколько mg/l), называется обессоливанием, а удаление солей до концентраций, допустимых при применении воды для питья (до 1 g/l) – опреснением.

Опреснение и обессолевание достигается различными способами: методы дистилляции, электродиализ и обратный осмос, методы ионного обмена.

Обессоливание дистилляцией основано на выпаривании воды с дальнейшей конденсацией пара. Испарители могут быть многоступенчатыми с использованием пара предыдущей ступени для испарения воды в последующей.

Опреснение и обессолевание воды ионным обменом достигается путем последовательного фильтрования воды через зернистые слои H^+ -катионита и OH^- -анионита. При этом находящиеся в воде катионы и анионы заменяются соответственно на H^+ и OH^- , образующие молекулы воды.

Опреснение и обессолевание воды электродиализом и обратным осмосом не требует применения химических реагентов и характеризуется существенно меньшими энергетическими затратами по сравнению с дистилляцией. При электродиализе используют селективные ионообменные мембранны, при обратном осмосе – полупроницаемые мембранны, пропускающие молекулы воды, но задерживающие растворимые минеральные и органические вещества. Электродиализом воду можно обессолить на 90%, обратным осмосом – на 98%.

Обеззараживание. Наличие в воде болезнетворных микроорганизмов и вирусов делает непригодной для хозяйствственно-питьевых нужд, а присутствие в воде некоторых видов микроорганизмов (например, нитчатых, зооглейных, сульфатвосстанавливающих бактерий, железобактерий) вызывает биологическое обрастание, а иногда и разрушение трубопроводов и оборудования.

Наиболее распространено хлорирование воды жидким или газообразным хлором Cl_2 , гипохлоритами $NaClO$, $Ca(ClO)_2$ и ClO_2 . Хлор взаимодействует с водой с образованием $HClO$ и HCl ; при $pH > 4$ свободный хлор практически отсутствует, при $pH > 5,6$ $HClO$ диссоциирует на H^+ и ClO^- . Бактерицидность недиссоциированной $HClO$ в 70-80 раз больше, чем у ClO^- . При наличии в воде аммиака, аммониевых солей или органических веществ, содержащих группы NH_2 , Cl_2 , $HClO$ и гипохлориты реагируют с ними, образуя

неорганические и органические моно- и дихлорамины. Монодихлорамины в 3-5 раз менее бактерицидны, чем дихлорамины, которые в свою очередь в 20-25 раз менее эффективны свободного Cl_2 . Бактерицидность хлораминов, образованных NH_3 , Cl_2 , HOCl , ClO^- или солями аммония, в 8-10 раз выше, чем бактерицидность хлорпроизводных органических аминов или иминов. Концентрацию свободного и связанного (в хлораминах) Cl_2 , необходимую для обеспечения заданного обеззараживающего эффекта, определяют по результатам пробного хлорирования. Для обеззараживания воды применяют также озон и УФ-облучение.

Заключение о качестве воды на основании данных анализа

Полученные при исследовании воды аналитические данные представляются весьма ценными для характеристики питьевой воды, но исключительно на основании этих данных не всегда представляется возможным дать категорическое заключение о качестве воды. Дело в том, что во всякой воде в больших или меньших количествах находятся и микроорганизмы и следовательно вполне законченное определение возможно только после бактериологического исследования.

Если однако непосредственный осмотр источника или сообщенные о нем достоверные данные указывают, что он не может быть загрязнен какими-нибудь стоками или отбросами и вместе с тем полученные аналитические данные вполне удовлетворительны с санитарной точки зрения, то вполне можно дать благоприятное заключение о составе воды.

ПРИЛОЖЕНИЕ

Таблица 1
Типы анализов

Тип анализа	Перечень определения	Характеристика анализа
I	Физические свойства, жесткость, Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , CO_3^{2-} , pH. Качественное определение $\text{Fe}^{+2} + \text{Fe}^{+3}$, NO_3^- , NO_2^-* , NH_4^+*	Сокращенный анализ. Применяется для предварительной характеристики вод. Может производиться и в полевых условиях упрощенными методами. Сумму <i>натрий+калий</i> вычисляют по разности. Результаты не дают возможности произвести контроль анализа.
II	Физические свойства, Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , CO_3^{2-} , Ca^{+2} , Mg^{+2} , Fe^{+2} , Fe^{+3} , pH, CO_2 свободная, NO_3^- , сухой остаток, NO_2^-* , NH_4^+* , окисляемость	Анализ даёт общую характеристику воды, производится в полустационарных или стационарных условиях. Возможен общий контроль анализа по сухому остатку. Сумму <i>натрий+калий</i> вычисляют по разности.
III	Физические свойства, Cl^- , SO_4^{2-} , HCO_3^- , CO_3^{2-} , NO_2^- , NO_3^- , Ca^{+2} , Mg^{+2} , Na^+ , K^+ , Fe^{+2} , Fe^{+3} , Mn^{+2} , NH_4^+ , R_2O_3 , SiO_2 , pH, CO_2 свободная и агрессивная, H_2S , сухой остаток, окисляемость	Подробный анализ. Применяется для характеристики типичных вод или вод, представляющих специфический интерес; производится в стационарных лабораториях. Результаты позволяют произвести общий контроль анализа по сухому остатку и по суммам мг-экв анионов и катионов
IV	Определения по специальному заданию	Специальные анализы с включением определений, не предусмотренных в предыдущих типах, или, наоборот, анализы сокращенного типа с определением только отдельных составных частей. Перечень определений устанавливается в зависимости от целевого назначения анализа

*Определяются при оценке пригодности воды для питья.

Таблица 2

Требования к качеству хозяйствственно-питьевой воды

№	Наименование показателей	Нормативы
1	Запах и привкус при температуре 20°C в баллах, не более	2
2	Цветность по шкале в градусах, не более	20
3	Прозрачность по шрифту в см, не менее	30
4	Мутность при осветлении воды в мг/л, не более	2,0
5	Общая жесткость в мг-экв/л, не более	7
6	Содержание свинца в мг/л, не более	0,1
7	Содержание мышьяка в мг/л, не более	0,05
8	Содержание фтора в мг/л, не более	1,5
9	Содержание цинка в мг/л, не более	5,0
10	Содержание остаточного активного хлора в водопроводной воде населенного пункта, в ближайшей точке к насосной станции при обеззараживании воды в мг/л, не менее не более	0,3 0,5
11	Содержание железа суммарно при обезжелезивании воды в мг/л, не более	0,3
12	Хлорфенольные запахи при хлорировании воды должны отсутствовать	-
13	Активная реакция (рН) при осветлении или умягчении воды	6,5-9,5
14	Содержание алюминия в мг/л, не более	0,5
15	Содержание стронция в мг/л, не более	7,0
16	Содержание меди в мг/л, не более	1,0
17	Содержание молибдена в мг/л, не более	0,25
18	Содержание сульфатов в мг/л, не более	500
19	Содержание полифосфатов в мг/л, не более	3,5
20	Содержание нитратов в мг/л, не более	45
21	Содержание хлоридов в мг/л, не более	350
22	Содержание селена в мг/л, не более	0,001
23	Содержание берилия в мг/л, не более	0,0002
24	Содержание полиакрилоамида в мг/л, не более	2,0
25	Сухой остаток в мг/л, не более	1000

Использованная литература

1. Таубе П.Р., Баранова А.Г. Химия и микробиология воды. Изд. «Высшая школа» 1983.277с.
2. Клют Г. Исследование воды на месте. Науч-технич. Изд. Москва.1960.150с.
3. Кульский А.А. Химия и технология обработки воды.Изд АН Украины. Киев 1960.360с.
4. Кожинов В.Ф. Очистка питьевой и технической воды. Примеры и расчеты. Строй издат.1957. 120с.
5. Кульский Л.А. Серебряная вода, её свойства и применение. Изд АН Украины.Киев 1956.
6. Резников А.А.,Муликовская Е.П., Соколов И.Ю. Методы анализа природных вод.Научно-технич. издательство по геологии и охране недр. Москва 1963.
7. Зацепина Г.Н. Свойства и структура воды. Изд.Москва 1971.
8. Таубе П.Р., Баранова А.Г. Практикум по химии воды. Изд. «Высшая школа» Москва 1983.127 с.
9. Дэвис К., Дэй Дж. Вода – зеркало науки. Гидрометеорологическое издательство. Ленинград 1964. 150с.
- 10.Лурье Ю.Ю. Расчетные и справочные таблицы для химиков. Справочник.1994.
- 11.АлексеевВ.Н. Качественный анализ. Количественный анализ. Изд. Просвещение. Москва1978.
- 12.Золотов Ю.А. Аналитическая химия Кн. В 2-х томах. Изд. «Химия». Москва. 2002.
13. Васильев В.П. Аналитическая химия Изд. «Высшая школа» В2-х ч. 1989. 384с.
- 14.Метод титриметрического анализа. Методическое пособие. Ташкент 1989.
- 15.Синюков В.В Вода известная и неизвестная. Изд. «Знание». Москва. 1987.175с.
- 16.Дерпгольц В.Ф.Мир воды.изд. «Недра» Ленинград. 1979. 254с
- 17..Бисвас Азит К. Человек и вода. Изд.Л.:Гидрометеоиздат.1978.
- 18.Ввозная Н.Ф. Химия воды и микробиология. Изд. «Высш.школа» Москва. 1978.
- 19.Скопинцев Б.А. Органическое вещество природных вод. Гидрометеоиздат.1950.
- 20.Современные методы анализа природных вод. Изд.Наука 1962.
- 21.Кульский Л.А. Теоретические основы и технология кондиционирования воды. 3-изд.1980.
- 22.Физический энциклопедический словарь. Изд. «Сов.энциклопедия» Москва. 1965.
- 23.Химическая энциклопедия. Изд. «Сов.энциклопедия» Москва 1988.
- 24.Абрамов В.В. Водоснабжение. Москва. 1982.



Сманова З.А. – к.х.н., доцент кафедры неорганической и аналитической химии НУУз им. М Улугбека.
Область научных интересов: теоретические вопросы аналитической химии, физико-химические методы анализа, анализ различных объектов окружающей среды, определение тяжёлых и токсичных металлов, органические реагенты в аналитической химии.



Таджимухамедов Х.С.- к.х.н., доцент кафедры органической химии НУУз им. М Улугбека.
Область научных интересов: теоретические вопросы органической химии, исследование реакционной способности химических соединений, работа с одаренными студентами, вопросы повышения квалификации преподавателей.



Касымов А.К.
Область научных интересов: определение и идентификация минорных компонентов сложной смеси природных соединений спектральными методами, анализ подземных водных источников.

