

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ  
РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  
ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

П Р А К Т И К У М

по специальностям «020804- геозкология»  
и «020802»- природопользование  
шифр СД.05 , СД.01  
( часть 1 )

ВОРОНЕЖ  
2006

Утверждено научно-методическим советом факультета географии и геозологии (22 декабря 2005 г., протокол №12)

Программа факультета географии и геозологии  
ВГУ «Учебник студенту»

Составитель Прожорина Т.И.

Практикум по курсу «Экологическая гидрохимия» (часть 1) подготовлен на кафедре геозологии и мониторинга окружающей среды факультета географии и геозологии Воронежского государственного университета.

Рекомендуется для студентов 3 курса специальностей «020804- геозология» и «020802-природопользование» дневного отделения факультета географии и геозологии.

## Предисловие

Интенсивное развитие промышленности во многих развитых странах мира, которое наблюдалось в последние десятилетия, укрупнение городов, интенсификация сельского хозяйства и его химизация, расширение поливных площадей, увеличение выбросов тепла промышленными и энергетическими предприятиями – все это привело к значительному загрязнению водных ресурсов, к дефициту пресных вод. Общее количество воды на Земле практически не изменилось, но резко ухудшилось ее качество.

В связи с этим, одним из главных направлений в гидрохимии является определение химического состава природных вод, закономерностей его формирования и изменений во времени и пространстве под воздействием естественных и антропогенных факторов.

В настоящее время существует широкий выбор методик по химическому анализу водных объектов. Очевидны тенденции к ускорению процедурной части исследований с применением экспресс-методов и современных физико-химических методов анализа. Однако обычные гидрохимические методики анализа природных вод, несмотря на трудоемкость, все еще остаются важными при санитарно-гидробиологических и ихтиологических исследованиях водных сред.

Основной задачей данного лабораторного практикума по гидрохимии является ознакомление студентов, специализирующихся в области охраны окружающей среды, с методами объемного и колориметрического анализов по определению основного ионного состава воды, некоторых биогенных веществ и растворенных в ней газов, перманганатной окисляемости и щелочности.

Предлагаемое методическое пособие поможет студентам закрепить теоретический материал по курсу "Экологическая гидрохимия" и освоить технику проведения гидрохимических исследований природных вод.

## Химический состав природных вод

Гидрохимия изучает химический состав вод разнообразных природных и искусственных объектов: атмосферных осадков, рек, озер, морей, соляных озер, прудов, водохранилищ, подземных водоносных горизонтов и т.д.

Природные воды отличаются от водных растворов специфичностью качественного и количественного состава, одновременным присутствием в растворах ионов, газов, коллоидов, наличием органических и биогенных веществ и микроэлементов.

К числу главных ионов, содержащихся в природных водах, относятся ионы  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$  (анионный состав) и  $\text{Na}^+$ ,  $\text{Mg}^{+2}$ ,  $\text{Ca}^{+2}$ ,  $\text{K}^+$  (катионный состав), которые образуют основную часть их минерального состава.

Главные ионы, иначе макрокомпоненты, определяют химический тип водных объектов. Так, например, по преобладающему аниону все природные воды делятся на три класса: 1) класс гидрокарбонатных вод ( $\text{HCO}_3^-$ ); 2) класс сульфатных вод ( $\text{SO}_4^{2-}$ ); 3) класс хлоридных вод ( $\text{Cl}^-$ ). К гидрокарбонатному

классу относится большая часть маломинерализованных вод рек, озер и некоторых подземных вод. К классу хлоридных вод относятся преимущественно высокоминерализованные воды океана, морей, соляных озер, подземные воды закрытых структур и др. Воды сульфатного класса по распространению и минерализации являются промежуточными между гидрокарбонатными и хлоридными водами. Генетически они связаны с различными осадочными породами. Каждый из перечисленных классов в свою очередь делится по преобладающему катиону на три группы вод: кальциевую ( $\text{Ca}^{+2}$ ), магниевую ( $\text{Mg}^{+2}$ ) и натриевую ( $\text{Na}^{+}$ ).

Отнесение ионов  $\text{K}^{+}$  к числу главных является спорным. В подземных и поверхностных водах эти ионы, как правило, занимают второстепенное положение. Только в атмосферных осадках ионы  $\text{K}^{+}$  могут играть главную роль.

Суммарное содержание всех найденных при химическом анализе воды минеральных веществ характеризует минерализацию природных вод.

Классификация водных объектов по минерализации (в г/л) имеет следующие пределы:

1 - слабоминерализованные	1 – 2
2 - малой минерализации	2 – 5
3 - средней минерализации	5 – 15
4 - высокой минерализации	15 – 30
5 - рассольные	35 – 150
6 - крепкорассольные	150 и более

Минерализацию пресных вод принято выражать в мг/л или г/л, соленых вод и рассолов в г/л или ‰.

Все природные воды представляют газовые растворы. Наиболее широко распространены в поверхностных водах кислород ( $\text{O}_2$ ) и двуокись углерода ( $\text{CO}_2$ ), а в подземных - сероводород ( $\text{H}_2\text{S}$ ) и метан ( $\text{CH}_4$ ). Кроме того, во всех природных водах постоянно присутствует азот ( $\text{N}_2$ ).

Биохимические и биологические процессы, происходящие в водоемах, связаны с биогенными элементами, к которым относятся соединения фосфора, азота, железа и кремния. Азот присутствует в природных водах в виде разнообразных неорганических и органических соединений. К числу неорганических соединений относятся аммонийные ( $\text{NH}_4^{+}$ ), нитритные ( $\text{NO}_2^{-}$ ) и нитратные ( $\text{NO}_3^{-}$ ) ионы. В органических соединениях азот входит в состав аминокислот и белков тканей организма и продуктов их распада. В последние годы возник повышенный интерес к изучению поведения соединений азота, в связи с тем, что они служат одним из показателей загрязнения вод и, кроме того, эти компоненты обладают токсичностью. Растворенный фосфор в природных водах присутствует в виде неорганических ( $\text{H}_2\text{PO}_4^{-}$  и  $\text{HPO}_4^{-2}$ ) и органических соединений (органический фосфор). Постоянным компонентом состава природных вод является кремний – второй (после кислорода) элемент, содержание которого в земной коре составляет 26 %.

Наряду с вышеперечисленными компонентами водные объекты почти всегда содержат в себе то или иное количество органического вещества, состоящего на 98,5 % из углерода, кислорода, водорода. В малых количествах в нем присутствует азот, фосфор, сера, калий, кальций и др. Органическое вещество может находиться в растворе в коллоидном состоянии в виде молекул и во взвешенном состоянии.

В густо населенных и индустриально развитых районах основным источником поступления органического вещества являются промышленные и бытовые сточные воды.

В природных водах также содержатся микроэлементы, доля которых не превышает 10 мг/л. К ним относятся бром, йод, фтор, литий, рубидий, стронций, барий, мышьяк, молибден, медь, кобальт, никель, радиоактивные элементы, золото и др. Изучение микрокомпонентов в водах представляет интерес для решения многих практических задач, так как несмотря на их малое содержание, роль микроэлементов в жизненных процессах очень велика.

Большое разнообразие природных вод по минерализации и химическому составу зависит от геохимических особенностей данного района, от характера почв и деятельности человека на водосборной площади, от биологических процессов в водоеме и от климатических условий в месте нахождения водоема.

Определение химического состава природных вод позволяет не только определить содержание основных ионов, величину объекта, оценить качество природных вод, но и выявить наличие в них загрязняющих веществ в результате антропогенного воздействия на окружающую среду.

## **Работа №1. Определение физических свойств воды**

### **Прозрачность**

В зависимости от степени прозрачности условно различают воды: 1) прозрачные; 2) слабоопалесцирующие; 3) опалесцирующие; 4) слегка мутные; 5) мутные; 6) сильно мутные.

Степень прозрачности выражается высотой столба жидкости (в см), через который отчетливо виден специальный шрифт (высота букв составляет 2 мм, а толщина линий букв – 0,5 мм).

Количественное определение прозрачности производят в градуированном цилиндре с плоским дном. Исследуемую воду перед определением хорошо взбалтывают и наливают в цилиндр (100 мл), подкладывают на расстоянии 4 см от дна шрифт. Сливают воду до тех пор, пока сверху через слой можно будет отчетливо прочесть этот шрифт. Высоту столба оставшейся воды измеряют линейкой. Определение производят при хорошем дневном рассеянном освещении на расстоянии 1 м от окна, не на прямом свете.

Воды, подаваемые для питьевого водоснабжения без осветления, должны обладать прозрачностью не менее 30 см. Речные воды, кроме горных вод, могут иметь прозрачность 2-5 см. Уменьшение прозрачности природных вод свидетельствует об их загрязнении.

### Осадок и изменение воды при стоянии пробы

При стоянии пробы может образоваться осадок. Осадок по количеству может быть незначительный, заметный, большой. По качеству различают осадок кристаллический, хлопьевидный, илистый, песчаный и др., указывают также его цвет: бурый, желтый, черный и т.д.

Отмечают изменение воды при стоянии: выпадение осадка, образование кристаллов на внутренней поверхности бутылок, образование мути, осветление.

### Цветность

Определение цветности производят в прозрачной воде. Если вода непрозрачна, ее фильтруют. Пробирку наполняют исследуемой водой почти доверху, ставят на белую бумагу и, глядя сверху, определяют цветность. Цветность воды характеризуется следующим образом: бесцветная, зеленоватая, желтая, бурая и т.п. Количественное определение цветности воды производят путем сравнения (на белом фоне) исследуемой воды, налитой в цилиндр из бесцветного стекла емкостью 100 мл и высотой 20 см, с хромово-кобальтовой шкалой цветности.

Раствор №1. 0,0875 г  $K_2Cr_2O_7$  и 2,000 г  $CoSO_4 \cdot 7H_2O$  растворяют в 1 л дистиллированной воды, подкисленной 1 мл концентрированной  $H_2SO_4$ .

Раствор №2. К 1 л воды прибавляют 1 мл концентрированной  $H_2SO_4$ .

Смешением растворов №1 и №2 в соотношениях, приведенных в таблице 1, получают эталоны шкалы цветности. Шкалу следует хранить в темноте. Через 2-3 месяца ее необходимо возобновить.

Таблица 1 - Хромово – кобальтовая шкала цветности

Гра- дусы	Объемы рас- творов, мл		Градусы	Объемы рас- творов, мл		Градусы	Объемы рас- творов, мл	
	№1	№2		№1	№2		№1	№2
5	1	99	25	5	95	60	12	88
10	2	98	30	6	94	70	14	86
15	3	97	40	8	92	80	16	84
20	4	96	50	10	90			

### Запах

Запах воды вызывают летучие пахнущие вещества, поступающие в нее в процессе жизнедеятельности водных организмов, при биохимическом разложении органических веществ, а также со сточными водами. Запах воды определяют при нагревании ее до температуры 50-60 °С. Запах воды определяется после определения вкуса и характеризуется как болотистый, затхлый, гнилой и т.п. Более детальные характеристики запаха и его интенсивности приводятся в таблицах 2 и 3.

При оценке запаха воды необходимо придерживаться тех же температурных условий, что и при определении вкуса.

Таблица 2 – Виды запаха

Классификация запаха	Примеры или возможные источники происхождения запаха
Ароматный или пряный	Камфора, гвоздика, лаванда, лимон
Огуречный	Synuga
Бальзамический или цветочный	Герань, ирис, ваниль
Сладковатый	Coelosphaerium
Фиалковый	Mallomonas
Химический	Промышленные сточные воды или химич. обработка
Хлорный	Свободный хлор
Углеводородный	Стоки нефтеочистительных заводов
Лекарственный	Фенол и йодоформ
Сернистый	Сероводород
Рыбный	Dinobryon
Навозный	Fnabaena
Гнилостный	Застоявшиеся сточные воды
Землистый	Сырая земля
Торфяной	Торф
Травянистый	Лежалая трава
Затхлый	Преющая солома
Плесневый	Сырой подвал
Овощной	Корни овощей

Таблица 3 - Определение интенсивности запаха воды

Интенсивность запаха, балл	Характеристика	Появление запаха
0	Никакого запаха	Отсутствие ощутимого запаха
I	Очень слабый	Запах не замечаемый потребителем, но обнаруживаемый специалистом
II	Слабый	Запах, обнаруживаемый потребителем, если обратить внимание на это
III	Заметный	Запах, легко обнаруживаемый; может быть причиной того, что вода неприятна для питья
IV	Отчетливый	Запах, обращающий на себя внимание; может заставить воздержаться от питья
V	Очень сильный	Запах, настолько сильный, что делает воду не пригодной для питья

### Вкус

Вкус сырой воды определяют при отсутствии подозрений на загрязненность ее токсическими веществами.

Для определения вкуса воду подогревают примерно до 30°C, набирают в рот приблизительно 15 мл и держат во рту несколько секунд; проглатывать во-

ду не следует.

Различают соленый, горький, сладкий и кислый вкус. Остальные виды вкусовых ощущений называют привкусами. Качественная характеристика привкуса определяется по соответствующим признакам: хлорный, рыбный, металлический и др.

Интенсивность вкуса и привкуса определяют по пятибалльной системе так же, как и запах (см. табл. 3). Вода, не обладающая какими-либо вкусовыми особенностями, характеризуется словом «пресная».

### **Плотность**

Ориентировочное определение удельного веса производят ареометром, точное определение – пикнометром.

#### ***Определение ареометром***

Определение удельного веса ареометром производят в соленых водах. Воду вливают в чистый, сполоснутый этой же водой цилиндр и осторожно опускают в него ареометр. Необходимо следить за тем, чтобы ареометр не касался стенок сосуда. Отмечают показания на шкале ареометра в точке, соприкасающейся с поверхностью воды в цилиндре. Одновременно измеряют температуру воды.

#### ***Определение пикнометром***

Пикнометр, хорошо вымытый дистиллированной водой, а затем сполоснутый спиртом, высушивают в термостате, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на точных аналитических весах. Затем пикнометр наполняют дистиллированной водой несколько выше метки и выдерживают 20 – 25 мин. в стакане с водой, температура которой должна быть постоянной. Образовавшиеся на стенках пикнометра пузырьки воздуха удаляют осторожным встряхиванием, после чего, не вынимая пикнометра из стакана с водой, доводят воду в пикнометре до отметки, отбирая избыток ее жгутиками из фильтрованной бумаги.

Пикнометр вынимают из стакана, закрывают пробкой, тщательно обтирают снаружи фильтровальной бумагой, помещают в футляр весов и через 20 мин. взвешивают. Этот же пикнометр после удаления из него дистиллированной воды споласкивают несколько раз испытуемой водой и наполняют ею при той же температуре, при которой его наполняли дистиллированной водой. Затем выполняют все описанные выше операции для установления веса исследуемой воды.

Особенность пикнометрического определения удельного веса концентрированных рассолов состоит в том, что удаление последних капель с горла пикнометра над мениском лучше производить с помощью слегка влажной фильтровальной бумаги, так как сухая фильтровальная бумага не впитывает концентрированных рассолов.

**Расчет удельного веса исследуемой воды, измеренного при 18°C, производится по формуле:**

$$\frac{d_{18^{\circ}}}{18^{\circ}} = \frac{(a - c)}{(b - c)},$$



где  $a$  – вес пикнометра с исследуемой водой при  $18^{\circ}\text{C}$ , г;  
 $c$  – вес пустого пикнометра, г;  
 $b$  – вес пикнометра с дистиллированной водой при  $18^{\circ}\text{C}$ , г.

## Работа №2. Определение кальция

### Значение определения и принцип трилометрического метода

Кальций – довольно распространенный ион природных вод, а в пресных водах – главный наряду с гидрокарбонат-ионом.

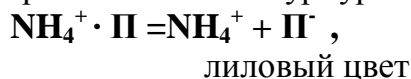
В соленых водах кальций встречается преимущественно в виде сульфатов и хлоридов.

Трилометрический метод определения иона кальция в последнее время получил широкое применение, особенно в полевых условиях.

Принцип трилометрического метода определения кальция основан на применении трилона Б в присутствии индикатора мурексида.

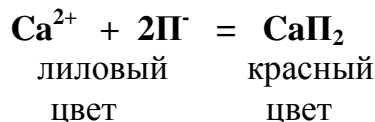
Мурексид представляет собой однозамещенную аммониевую соль пурпурной кислоты ( $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_6\text{N}_5 \cdot \text{NH}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ).

Водный раствор мурексида в сильнощелочной среде, ( $\text{pH} > 10$ ) имеет лиловый цвет, обусловленный окраской анионов пурпурной кислоты:



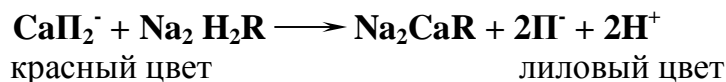
где II – радикал пурпурной кислоты ( $\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_6\text{N}_5$ ).

В присутствии ионов кальция раствор мурексида окрашивается в красный цвет за счет образующегося пурпурата кальция -  $\text{Ca}(\text{C}_8\text{H}_4\text{O}_6\text{N}_5)_2$ . С ионами магния пурпурная кислота не реагирует.



Пурпурат кальция – соединение нестойкое. При титровании такого раствора трилоном Б образуется прочное соединение кальция с трилоном Б, а ионы пурпурной кислоты освобождаются и окрашивают раствор в лиловый цвет. Раствор титруют до появления четко выраженной лиловой окраски от первой капли раствора трилона Б (эквивалентная точка). При дальнейшем добавлении трилона Б в пробу окраска раствора не меняется.

Процесс образования соединения кальция с трилоном Б можно изобразить следующей схемой:



Чувствительность метода 1 мг/л (0,06 мг - экв / л), точность (допустимые расхождения) 3 мг/л, если содержание  $\text{Ca}^{+2}$  не превышает 100 мг/л; при более высоких концентрациях – 9 % относительных.

**Приборы и посуда:**

- 1 - бюретка - 1 шт.;
- 2 - пипетки 15 - 20 мл - 1 шт.; 100 мл - 1 шт.;
- 3 - мерный цилиндр 10 мл - 2 шт. ( или коническая пробирка 5 мл - 2 шт.);
- 4 - капельница - 2 шт.;
- 5 - колба коническая 250 мл - 2 шт.;

**Реактивы:**

- 1 – 0,05 н раствор трилона Б;
- 2 – 0,05 н раствор  $MgSO_4$  ;
- 3 - аммиачный буферный раствор (  $NH_4OH + NH_4Cl$  );
- 4 - водный раствор мурексида ( индикатор );
- 5 - хромоген черный ( индикатор );
- 6 - 10 % - ный раствор щелочи  $NaOH$

**Ход определения**

**1. Определение нормальности трилона Б.** Поправочный коэффициент к нормальности трилона Б (~ 0,05н.) находят по точному 0,05 н раствору  $MgSO_4$  при рН ~ 10 (создается аммиачным буферным раствором) в присутствии индикатора хромогена черного (ЕТ - 00).

В коническую колбу отмеряют пипеткой 15 мл 0,05 н раствора  $MgSO_4$ , добавляют 85 мл дистиллированной воды (до 100 мл мерным цилиндром), приливают 5 мл аммиачного буферного раствора и 5 капель индикатора хромогена черного, после чего проводят титрование раствором трилона Б ( ~ 0,05 н.).

Пробу титруют до появления голубой окраски от одной прилитой капли трилона Б. Дальнейшее прибавление трилона Б не изменяет голубой окраски раствора, поэтому титрование следует проводить аккуратно, внимательно наблюдая за постепенным изменением окраски от винно-красной через переходные окраски ( фиолетовую, грязно-синюю ) до голубой.

Титрование проводят дважды, расхождение результатов не должно превышать 0,05 мл, в противном случае титрование повторяют еще раз, и результаты определения усредняют.

Поправочный коэффициент к нормальности трилона Б рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{n \text{ (мл) } MgSO_4}{n \text{ (мл) трилон Б}}$$

**2. Определение иона кальция в пробе.** В коническую колбу емкостью 250 мл отмеряют пипеткой 100 мл исследуемой пробы. Приливают 5 мл 10 % - ного раствора  $NaOH$  и 20 капель водного раствора мурексида. Раствор при этом окрашивается в красный цвет. Пробу титруют трилоном Б при энергичном перемешивании до появления лиловой окраски, устойчивой в течение 3 - 5 мин. При дальнейшем прибавлении трилона Б окраска не меняется. В качестве "свидетеля" можно использовать перетитрованную пробу, но следует помнить, что оттитрованная проба сохраняет устойчивую лиловую окраску сравнительно не-

долго. Поэтому необходимо приготовить новый "свидетель", если наблюдается изменение окраски ранее приготовленного.

**3. Вычисление содержания ионов кальция** в исследуемой пробе производится по следующей формуле:

$$\text{Ca}^{2+} = \frac{n * N * K * 1000}{V} \quad (\text{мг-экв/л}) ,$$

где n – количество трилона Б, израсходованного на титрование, в мл.;

N – нормальность раствора трилона Б ( 0,05 н.);

K – поправочный коэффициент к нормальности трилона Б;

V – объем пробы, в мл.

Пересчет содержания кальция из мг-экв/л в мг/л производят умножением на эквивалентный вес кальция, равный 20,04.

### Работа №3. Определение иона магния (по разности)

Для определения количества магния в исследуемой воде необходимо знать величину общей жесткости и кальциевой жесткости, выраженных в мг-экв/л . По разности этих величин узнают количество мг-экв/л, соответствующее содержанию  $\text{Mg}^{2+}$ , или вычисляют по формуле:

$$\text{Mg}^{2+} = ( N_{\text{общ}} - \text{Ca}^{2+} ) \quad (\text{мг-экв/л}) ,$$

где  $N_{\text{общ}}$  – общая жесткость в мг-экв/л;

$\text{Ca}^{2+}$  – количество  $\text{Ca}^{2+}$  в мг-экв/л.

Пересчет содержания магния из мг-экв/л в мг/л производят умножением на эквивалентный вес магния, равный 12,16.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ

### Значение определения

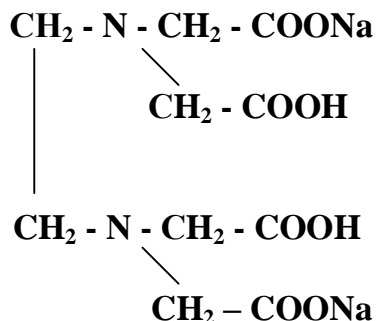
Общая жесткость – свойство воды, обусловленное наличием в ней двухвалентных катионов (главным образом кальция и магния). Жесткость является важной технической характеристикой воды, так как определяет пригодность ее для различных целей: для промышленности, сельского хозяйства, хозяйственно - бытовых нужд.

В настоящее время жесткость выражается в миллиграмм-эквивалентах. Различают следующие виды жесткости:

1. Общая жесткость ( $N_{\text{общ}}$ ) - суммарное содержание ионов кальция и магния.
2. Устранимая, или временная, ( $N_{\text{вр}}$ ) и карбонатная ( $N_{\text{к}}$ ) жесткости обусловлены наличием бикарбонатов (и карбонатов) кальция и магния.
3. Неустраняемая, постоянная ( $N_{\text{пост}}$ ) и некарбонатная ( $N_{\text{нк}}$ ) жесткости обусловлены хлористыми, сернокислыми и другими некарбонатными солями кальция и магния.

Для определения общей жесткости пользуются объемным трилонометрическим методом, который относится к числу комплексометрических.

Основным рабочим раствором является трилон Б - динатриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты:



Определение суммарного содержания ионов кальция и магния основано на способности трилона Б образовывать прочные комплексные соединения в щелочной среде с этими ионами, замещая свободные ионы водорода на двухвалентные катионы Ca и Mg. Схематически взаимодействие трилона Б с ионами Ca и Mg может быть представлено следующим уравнением:



где R - радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты.

В качестве индикатора используется хромоген черный (ЕТ - 00), дающий с магнием соединение винно - красного цвета, при исчезновении ионов магния он приобретает голубую окраску. Реакция идет при pH ~ 10, что достигается добавлением в пробу аммиачного буферного раствора (NH<sub>4</sub>OH + NH<sub>4</sub>Cl).

При титровании пробы воды, содержащей ионы кальция и магния, трилоном Б в первую очередь связываются ионы кальция, а затем магния. При исчезновении ионов магния окраска раствора меняется на голубую, что свидетельствует об окончании титрования (эквивалентная точка).

Чувствительность трилонометрического метода составляет 0,2 мг-экв/л, допустимые расхождения (точность) 0,2 мг-экв/л при общей жесткости до 10 мг-экв/л.

#### **Приборы и посуда:**

- 1 - бюретка - 1 шт.;
- 2 - пипетки: 15 мл - 1 шт.; 100 мл - 1 шт.;
- 3 - колба коническая 250 мл - 1 шт.;
- 4- капельница - 1шт.;
- 5 - мерный цилиндр 100 мл - 1 шт.;

#### **Реактивы:**

- 1 - раствор трилона Б ~ 0,05 н.;
- 2 - раствор MgSO<sub>4</sub> 0,05 н.;
- 3 - аммиачный буферный раствор ( NH<sub>4</sub>OH + NH<sub>4</sub>Cl );
- 4 - индикатор хромоген черный ( ЕТ - 00 );

### Ход определения

**1. Определение нормальности трилона Б** производится по стандартному 0,05 н раствору сернокислого магния  $MgSO_4$  (смотреть работу № 2).

**2. Определение общей жесткости пробы.** Пипеткой Мора отмеряют 100 мл испытуемой воды в коническую колбу, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора и 5 капель индикатора хромогена черного, после чего проводят титрование раствором трилона Б ( ~ 0,05 н.). Титрование следует проводить аккуратно, внимательно наблюдая за постепенным изменением окраски от винно-красной через переходные окраски ( фиолетовую, грязно-синюю ) до голубой. При дальнейшем прибавлении трилона Б окраска не меняется.

Определение повторяют и берут средний результат.

**3. Вычисление общей жесткости** производят по формуле:

$$H_{\text{общ}} = \frac{n \cdot N \cdot K \cdot 1000}{V} \quad (\text{мг-экв/л}) ,$$

где  $n$  – количество трилона Б, израсходованного на титрование, в мл.;

$N$  – нормальность раствора трилона Б ( 0,05 н.);

$K$  – поправочный коэффициент к нормальности трилона Б;

$V$  – объем пробы, в мл.

### Работа № 4. Определение сульфатов

Соли серной кислоты ( $H_2SO_4$ ) в природной среде встречаются в небольших количествах (до 20 - 30 мг  $SO_4^{-2}$ /л.). Значительное увеличение количества сульфатов зависит прежде всего от попадания в водоем хозяйственно - бытовых и промышленных сточных вод. Сульфат-ионы не оказывают вредного влияния на водных животных и растения, если даже концентрация  $SO_4^{-2}$  в воде достигает 1 г/л, а для некоторых рыб (караси) даже 10 г/л. Отмечено, что малые концентрации сульфатов влияют стимулирующе на жизненные процессы гидробионтов.

Сульфаты играют немаловажную роль в возникновении сероводорода в воде в результате восстановления сернокислых солей. Поэтому, если водоем богат органическими остатками и сульфатами, то это может привести к стойкому заражению водоема сероводородом.

Самым простым и старым методом определения сульфатов в лабораторных условиях является весовой, но он требует более сложной аппаратуры по сравнению с объемным. Последний более доступен, но менее чувствителен. В последнее время стали применять трилонометрический метод.

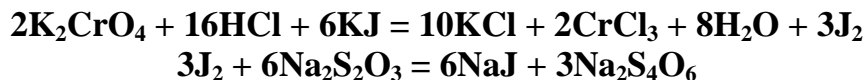
#### Объемный метод

При массовых анализах воды в полевых условиях применим более легкий иодометрический способ определения сульфатов.

Принцип метода заключается в следующем: вода, при прибавлении хромовокислого бария, выделяет хромовую кислоту в эквивалентном количестве сульфат-иону, который содержится в исследуемой воде,



Образовавшуюся хромовую кислоту определяют иодометрически, оттитровывая выделившийся йод гипосульфитом.



где  $\text{SO}_4^{2-}$  соответствует  $\text{CrO}_4 \rightarrow 3\text{J} \rightarrow 3\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  или 96 г  $\text{SO}_4^{2-}$  соответствует трем нормальностям  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  или 32 г  $\text{SO}_4^{2-}$  соответствует одной нормальности  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ .

#### Реактивы:

1 - Соляная кислота: раствор 2,5 н. Берут 20,8 мл конц. HCl (уд. вес 1,19 ) и доводят до 100 мл дистиллированной водой.

2 - Раствор хромовокислого бария. 19,44 г химически чистого  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  и 24,44 г химически чистого  $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ . Растворяют каждый из них в 1 л дистиллированной воды, затем нагревают до кипения и сливают оба раствора в мерную колбу на 3 л. Обе литровые колбы необходимо ополоснуть дистиллированной водой и вылить в трехлитровую колбу. Дают некоторое время постоять, чтобы жидкость над осадком хромовокислого бария посветлела, и затем её сливают. Оставшийся осадок промывают 3 - 5 раз дистиллированной водой. Осадок переносят в литровую колбу и доводят затем до литра дистиллированной водой. 5 мл этой суспензии осаждают 96 мг сульфат-иона. Можно пользоваться и сухим химически чистым хромовокислым барием. Тогда берут 0,5 г  $\text{BaCrO}_4$  на 200 мл исследуемой воды.

3 - 10 %- ный раствор йодистого калия. Раствор необходимо хранить в темноте.

4 - 5 %- ный раствор аммиака. Берут 20 мл 25 %- ного раствора аммиака и доводят до 100 мл дистиллированной водой.

5 - 0,05 н раствор гипосульфита (серноватистоокислого натрия). Растворяют 6,2 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  дистиллированной водой в мерной колбе на 1 л.

#### Ход определения

Количество исследуемой воды для определения  $\text{SO}_4^{2-}$  необходимо брать на основе качественного испытания анализируемого раствора. Для определения сульфатов берут в коническую колбу на 300 – 400 мл 200 мл исследуемой воды, если же берут не 200 мл, а менее (в случае повышенного содержания сульфатов), то до 200 мл доводят дистиллированной водой. Нагревают жидкость до кипения, а затем прибавляют осторожно понемногу, 5 мл взболтанной суспензии ( $\text{BaCrO}_4$ ) и 1 мл 2,5 н раствора соляной кислоты. Оставляют кипеть жидкость ещё минуты 3 – 4. В это время появляется желто-красная или бурая окраска жидкости.

Затем, сняв колбу с нагрева, нейтрализуют горячую жидкость 5 %-ным аммиаком по каплям до перехода окраски в лимонно-желтый цвет. Пары аммиака, скапливающиеся в колбе, продувают грушей и проверяют по лакмусовой бумаге жидкость на слабощелочную реакцию. Так нейтральная или слабощелочная смесь, остывшая до комнатной температуры, переносится в мерную колбу на 250 мл. Туда же сливают смывные воды, которыми и доводят мерную колбу до метки.

После взбалтывания, фильтруют содержимое 250 миллилитровой колбы через сухой складчатый фильтр, отбрасывая первые порции фильтрата, а из остаточной части фильтрата готовят 2 параллельные пробы. В две конические колбы с притертыми пробками (объемом 200 мл) отмеряют по 100 мл фильтрата, затем добавляют по 10 мл 10 %-ного раствора йодистого калия (можно 1 г сухого КJ) и по 10 мл 2,5н раствора соляной кислоты и оставляют стоять в темноте, в прохладном месте ( в холодной воде ), плотно прикрытые пробками, на 15–20 мин. После этого выделившийся йод титруют 0,05н раствором гипосульфита до слабо-желтого цвета, а затем прибавляют 1 мл 2 %-ного раствора крахмала и дотитровывают до исчезновения синего оттенка. Количество 0,05 н раствора гипосульфита, пошедшее на титрование, эквивалентно ионам сульфата.

Поправку на нормальность серноватистоокислого натрия устанавливают, как обычно, по двуххромовоокислому калию. Этот метод применим к водам, где содержание сульфатов выше 10 мг/л.

**Расчет.** Содержание сульфатов в воде рассчитывают следующим образом: 1мл 1н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  соответствует 32 мг  $\text{SO}_4^{2-}$ , а 1 мл 0,05н.  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  соответствует 1,6 мг. Для титрования взято 200 мл исследуемой воды, которую обрабатывали и затем развели до 250 мл. Из этого количества взято 100 мл и на титрование их прошло  $n_{\text{сред}}$  мл 0,05н. раствора  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , а на всю пробу  $2,5 n_{\text{сред}}$ .

$$\text{SO}_4^{-2} = \frac{2,5 \times n_{\text{сред}} \times 1,6 \times 1000}{V} \quad \text{мг /л} ,$$

где  $n_{\text{сред}}$  – количество 0,05 н раствора серноватистоокислого натрия, пошедшее на титрование, в мл ( по среднему результату двух проб);

1,6 – пересчетный коэффициент из 0,05 н. раствора гипосульфита на сульфат – ион;

V – объем исследуемой воды, взятой для определения сульфатов (в нашем случае 200 мл);

1000 – пересчет на литр.

В приведенном случае расчет может быть упрощен и произведен по формуле:

$$\text{SO}_4^{-2} = 20 \times n_{\text{сред}} \quad \text{мг /л}$$

(если  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,05 н , проба воды – 200 мл, разбавлена до 250 мл, для титрования взято 100 мл).

## Работа № 5. Определение хлоридов

Хлор-ион – важнейший показатель минерализации генезиса природных вод. Он содержится во всех типах природных вод, начиная с атмосферных осадков, в которых его концентрация составляет от десятых долей до целых мг/л. Содержание солей хлористоводородной кислоты (HCl) в пресных водоемах обычно превышает 40 мг Cl<sup>-</sup>/л, но может быть значительно больше (источником являются в таком случае сточные воды). В хлоридно-натриевых, кальциевых и магниевых рассолах содержание Cl<sup>-</sup> иона доходит до 200 – 300 г/л.

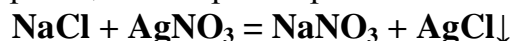
Хлориды могут быть как минерального (засоленные почвы), так и органического происхождения. Количественное определение хлоридов необходимо для оценки воды в санитарном отношении.

Существует несколько методов определения хлоридов: весовой, потенциометрический, турбидиметрический, объемные: аргентометрический, меркуриметрический и др.

Наиболее точным методом определения больших количеств хлор-иона при его содержании от десятков мг/л до более высоких концентраций является весовой метод. Вполне удовлетворительные результаты дает объемный аргентометрический метод с хроматом калия в качестве индикатора, особенно для вод, содержащих не более 2 – 3 г хлор-иона в 1 л. В кислых и сероводородных водах определение Cl<sup>-</sup> проводится роданидным методом. Малые количества Cl<sup>-</sup> (до 10 мг/л) следует определять турбидиметрическим методом. Хорошие результаты дает и меркуриметрический метод, не уступающий по точности аргентометрическим методам.

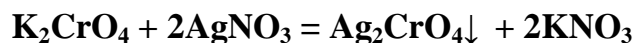
#### **Объемное аргентометрическое определение с хроматом калия (объемный метод Мора)**

Этот метод основан на образовании малорастворимого осадка хлористого серебра, получаемого при реакции Cl<sup>-</sup> с раствором азотистого серебра:



Для определения конца этой реакции добавляют K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> в качестве индикатора.

При наличии в воде хлоридов происходит выпадение в осадок хлористого серебра, когда все ионы хлора будут связаны. Ионы серебра вступают в реакцию с ионами хромовой кислоты и образуют красно-бурый осадок хромовокислого серебра:



Растворимость осадка AgCl значительно меньше растворимости осадка Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>, который при наличии свободных ионов хлора неустойчив, он растворяется и серебро прочно связывается с хлором. Только после полной реакции серебра со всеми ионами хлора образуется устойчивый осадок Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>. Появление красно-бурого осадка Ag<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub> указывает на конец титрования.

#### **Реактивы:**



1. Калий хромовокислый, 10%-ный раствор.
2. Серебро азотнокислое, 0,1 н раствор. (17 г  $\text{AgNO}_3$  растворяют в 1л дистиллированной воды. Нормальность раствора устанавливают по фиксаналу хлористого натрия с индикатором хромовокислым калием).

Производят два определения: ориентировочное и точное. Если по данным ориентировочного определения вода содержит большое количество  $\text{Cl}^-$  - иона, то для точного определения ее разбавляют дистиллированной водой. Объем разбавленной воды для точного определения отбирают с таким расчетом, чтобы на одно определение расходовалось 5 – 10 мл 0,1 н раствора  $\text{AgNO}_3$ .

#### Ход определения

**Ориентировочное определение.** В пробирку отмеряют пипеткой 1мл исследуемой воды и прибавляют 1 каплю 10%-ного раствора  $\text{K}_2\text{CrO}_4$ . Затем при постоянном помешивании прибавляют из бюретки по каплям 0,1 н раствора  $\text{AgNO}_3$  до появления не исчезающей бурой окраски. (1 капля соответствует объему равному 0,1 мл).

Содержание хлор-иона рассчитывают по формуле :

$$\text{Cl} = V \cdot N \cdot K \cdot 35,5 \cdot 1000 \quad \text{мг/л} ,$$

где  $V$  – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на определение хлор – иона в 1 мл воды, мл;

$N$ – нормальность раствора азотнокислого серебра;

$K$  – поправочный коэффициент к титру азотнокислого серебра.

**Точное определение.** Если при ориентировочном определении найденное содержание хлор – иона не превышает 400 мг/л, точное определение производят в 50 мл воды (при более высоком содержании  $\text{Cl}^-$  отбирают соответственно меньшее количество воды). К исследуемой воде прибавляют 0,5 мл 10% - ного раствора  $\text{K}_2\text{CrO}_4$  и при постоянном помешивании титруют 0,1 н раствором  $\text{AgNO}_3$  до появления не исчезающей бурой окраски жидкости.

Содержание хлор – иона рассчитывают по формуле:

$$\text{Cl} = \frac{V_1 \cdot N \cdot K \cdot 35,46 \cdot 1000}{V} \quad \text{мг /л} ,$$

где  $V_1$  – объем раствора азотнокислого серебра, израсходованного на определение, мл;

$N$  – нормальность раствора азотнокислого серебра;

$K$  – поправочный коэффициент к титру азотнокислого серебра;

$V$  – объем исследуемой воды, мл;

35, 46 – эквивалентный вес  $\text{Cl}^-$  ;

1000 – перевод в литр.

**Определение поправочного коэффициента к титру  $\text{AgNO}_3$ .** В коническую колбу на 200 мл вносят 10 мл 0,1 н р-ра  $\text{NaCl}$  и 90 мл дистиллированной воды,

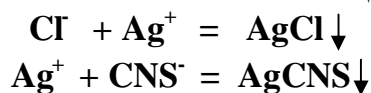
прибавляют 3 капли 10% р-ра  $K_2CrO_4$ . Содержимое колбы титруют 0,1 н раствором  $AgNO_3$  до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-красную, не исчезающую в течение 15-20 сек. Поправочный коэффициент рассчитывают по результатам двух титрований:

$$K = \frac{20}{V_1 + V_2},$$

где  $V_1, V_2$  – количество  $AgNO_3$ , пошедшее на каждое титрование, мл.

### Объемное аргентометрическое определение с роданидом

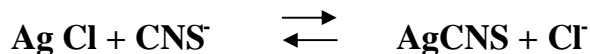
Осаждение хлор-иона производят в азотнокислой среде избытком нитрата серебра. Последний оттитровывают роданистым аммонием или калием в присутствии индикатора – железоаммонийных квасцов:



Как только заканчивается осаждение серебра, роданид аммония образует с железоаммонийными квасцами роданид железа, окрашивающий раствор в красный цвет.

Это определение дает точные результаты только при соблюдении условий, исключающих ошибку, связанную с несколько большей растворимостью хлорида серебра по сравнению с роданидом серебра.

При обратном титровании избытка ионов серебра роданидом аммония возможна реакция



Чтобы избежать этого, надо отделить осадок хлорида серебра от раствора, содержащего ионы серебра, или прибавить к раствору растворитель, не смешивающийся с водой (нитробензол, четыреххлористый углерод, хлороформ). При взбалтывании раствора хлорид серебра сбивается в комки на границе обеих жидкостей; органический растворитель защищает осадок от водного раствора, что понижает скорость растворения хлорида серебра, а следовательно, и скорость его реакции с роданидом.

#### Реактивы:

- 1 - Кислота азотная (1:2).
- 2 - Марганцевокислый калий, 0, 1 н раствор.
- 3 - Нитробензол, продажный реактив.
- 4 - Роданистый аммоний или роданистый калий. 0,1 н раствор. (8 г  $NH_4CNS$  или 10 г  $KCNS$  растворяют в 1 л дистиллированной воды и устанавливают нормальность с помощью 0,1 н раствора  $AgNO_3$ ).
- 5 - Раствор железоаммонийных квасцов. К насыщенному раствору квасцов (около 14 г на 100 мл) прибавляют концентрированную азотную кислоту до исчезновения бурой окраски и затем еще небольшое количество ее.

### Ход определения

Если в воде присутствуют сероводород или органические вещества, восстанавливающие соли серебра, к отмеренному объему воды, содержащему не более 10 – 20 мг  $\text{Cl}^-$ , прибавляют 1 мл  $\text{HNO}_3$  (1:2) и 0,1 н раствор  $\text{KMnO}_4$  до розовой окраски, не исчезающей в течение 5-10 мин. Затем к воде прибавляют 1 мл нитробензола, 10 мл 0, 1 н раствора  $\text{AgNO}_3$  и взбалтывают до тех пор, пока осадок не соберется в крупные хлопья. Далее прибавляют 1 мл раствора железозаммонийных квасцов и оттитровывают избыток серебра 0, 1 н раствором  $\text{NH}_4\text{CNS}$  до появления не исчезающей около 1 мин красно-коричневой окраски. Если окраска появится от первых капель  $\text{NH}_4\text{CNS}$ , определение повторяют с меньшим объемом воды.

Содержание хлор-иона рассчитывают по формуле:

$$\text{Cl} = \frac{(V_1 N_1 - V_2 N_2) \cdot 35,46 \cdot 1000}{V} \quad \text{мг /л} ,$$

где  $V$  – объем исследуемой воды, мл;

$V_1$  – объем прибавленного раствора азотнокислого серебра, мл;

$N_1$  – нормальность раствора азотнокислого серебра;

$V_2$  – объем раствора роданида аммония, израсходованного на обратное титрование, мл;

$N_2$  - нормальность раствора роданида аммония;

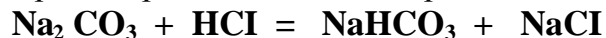
35, 46- эквивалентный вес  $\text{Cl}^-$ .

### Работа № 6. Определение карбонатов

Карбонаты могут находиться в водах, имеющих щелочную реакцию ( $\text{pH} > 8,37$ ). Таких природных вод немного. Однако, в период «цветения» воды в результате фотосинтеза исчезает свободная  $\text{CO}_2$  и соотношение между разными формами угольной кислоты сдвигается в щелочную сторону образования карбонатов. Этот процесс наблюдается почти во всех стоячих водоемах в средних и южных широтах нашей страны.

#### Принцип метода

Если исследуемая вода дает розовый цвет с фенолфталеином, то в ней можно определить карбонаты путем титрования пробы кислотой до момента обесцвечивания индикатора, т.е.  $\text{pH} = 8,3$ . Реакция протекает по схеме:



т.е. на одну молекулу карбоната идет одна молекула кислоты. Фенолфталеин меняет свой цвет при таком  $\text{pH}$ , при котором концентрация карбоната достигает 97,5% от возможного. В соответствии с графиком таким титрованием мы оставляем 2,5% карбонатов (от исходного количества) неразложенными, т.е. неоттитрованными.

**Реактивы :**

1. 0,1 н (или 0,05 н) р-р НСІ
2. 1% -ный спиртовый р-р фенолфталеина

**Ход определения**

В колбу емкостью 200 мл наливают 100 мл исследуемой воды, прибавляют 3 капли фенолфталеина и титруют 0,1 н НСІ до обесцвечивания индикатора. Под конец титрования надо по каплям прибавлять кислоту и пробу осторожно перемешивать круговыми движениями. В противном случае  $\text{CO}_2$  из воздуха будет растворяться в пробе и окажет влияние на конец титрования. Лучше титрование пробы производить в колбе с пробкой и после прибавления кислоты, колбу закрыть пробкой и осторожно перемешать пробу. Нельзя ее резко встряхивать. Рекомендуется в качестве свидетеля рядом ставить колбу с дистиллированной водой, а, если исследуемая вода имеет цветность, то с исследуемой водой или немного перетитрованную пробу.

**Расчет:**

$$A = \frac{n \cdot F \cdot 2,2 \cdot 1000}{V} \quad \text{мг CO}_2 / \text{л} ,$$

где  $n$  - количество 0,1 н НСІ, пошедшей на титрование объема пробы, мл;

$F$ - поправка на 0,1 н НСІ (методика определения  $F$  приведена в работе №7).

2,2 – коэффициент, соответствующий количеству  $\text{CO}_2$  при добавке 1 мл 0,1 н раствора кислоты. Так как реакция не дает свободной  $\text{CO}_2$ , а она образуется только после прибавления второй молекулы НСІ :

$\text{NaHCO}_3 + \text{HCl} = \text{NaCl} + \text{CO}_2 + \text{H}_2\text{O}$ , то и берется половина от  $\text{CO}_2$  ( $44:2=22$ , а для 0,1 н раствора будет 2,2);

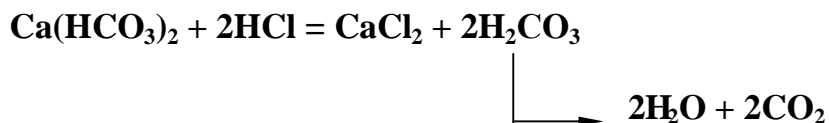
1000 – перевод в литр.

**Работа № 7. Определение бикарбонатов**

Наибольшее количество солей в пресной воде находится в форме бикарбонатов. Некоторые исследователи считают, что количество бикарбонатов является главной характеристикой солености пресных вод так же, как для морских – количество хлора.

Это справедливо для большинства пресных вод. В некоторых случаях (выход подземных вод, залегание водоема среди солончаков, сброс в водоем сильно минерализованных промышленных сточных вод) количество бикарбонатов меньше других ионов (обычно хлора, сульфата). Однако таких вод значительно меньше, чем вод с преобладанием бикарбонатов.

Определения бикарбонатов можно произвести путем титрования пробы кислотой, до полного разложения бикарбонатов по схеме:



Конец реакции определяется по изменению цвета индикатора метилоранжа из желтого в розоватый (рН около 4,5). В случае большого количества бикарбонатов в воде выделяющую  $\text{CO}_2$  удаляют из сферы реакции путем продувания воздуха из груши через пробку. Как видно из уравнения, каждая молекула  $\text{HCl}$  вытесняет одну молекулу  $\text{CO}_2$ , т.е. 1н.  $\text{HCl}$  соответствует 44 г  $\text{CO}_2$ .

#### Реактивы:

- 1 - 0,1н (или 0,05 н) раствор  $\text{HCl}$ . Иногда используются 0,01н раствором.
- 2 - Индикатор метилоранж, 0,1% – ный раствор.
- 3 - **Свидетель.** Чтобы всегда дотитровывать до определенного цвета индикатора рекомендуется приготовить свидетель. Для этого в колбочку (такую же как и при титровании) наливают 100 мл хорошей дистиллированной воды (лучше брать бидистиллят), 3 капли метилоранжа и насыщают воду  $\text{CO}_2$  дыханием (продувают через стеклянную трубочку, с вложенной ватой со стороны рта). Вода имеет рН = 4,47. Она будет служить эталоном, до какого цвета надо дотитровывать.
- 4 – 0,1 н раствор буры.

#### Ход определения

**1.Определение бикарбонатов в пробе.** В колбу емкостью 200 мл наливают 100 мл исследуемой воды, прибавляют 3 капли метилоранжа и титруют кислотой 0,1 н р-ром  $\text{HCl}$  до появления у индикатора цвета аналогичного цвету свидетеля. При таком способе титрования получают хорошую сходимость результатов.

При навыке в работе можно получать хорошие результаты, если брать даже меньшее количество исследуемой воды: 50,25 и даже 10 мл. В последнем случае титрование надо вести в широких пробирках, чтобы легче различать оттенки цветов, а кислоту брать 0,01 н.

**2. Определение нормальности  $\text{HCl}$ .** Для определения поправочного коэффициента к нормальности  $\text{HCl}$  ( 0,1 н) пользуются точным 0,1 н раствором тетрабората натрия ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ ) называемым также бурой.

Раствор буры весьма устойчив, может быть приготовлен достаточно точно и хорошо титруется с метилоранжем.

В коническую колбу на 250 мл отмеряют пипеткой 15 мл 0,1 н раствора буры и добавляют цилиндром 85 мл дистиллированной воды. Затем добавляют 2-3 капли метилоранжа. Титруемый раствор должен быть окрашен не очень интенсивно, иначе это затрудняет наблюдение за переходом окраски. Пробу титруют до слабо-оранжевой окраски с розовым оттенком. Появившаяся окраска не должна исчезать в течение 2-3 минут. При дальнейшем добавлении  $\text{HCl}$  к титруемому раствору интенсивность розовой окраски нарастает.

Титрование повторяют 2 - 3 раза, расхождение между параллельными определениями не должно превышать 0,5 мл. Берут среднеарифметическое значение определения и поправочный коэффициент рассчитывают по формуле:

$$K = \frac{n(\text{мл}) \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7}{n(\text{мл})\text{HCl}}$$

3. **Вычисление результатов** проводят по формуле:

$$A = \frac{n \cdot F \cdot 4,4 \cdot 1000}{V} \text{ мг CO}_2 \text{ /л (бикарбонатов),}$$

где  $n$  – количество 0,1 н кислоты, пошедшей на титрование пробы  $V$  мл;

$F$  – поправка на 0,1 н кислоту;

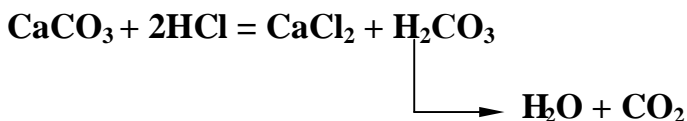
4,4 – коэффициент 1 мл 0,1 н. кислоты освобождает 4,4 мг  $\text{CO}_2$  из бикарбоната (для 0,05 н. он будет равен 2,2, а для 0,01 н. – 0,44);

1000 – перевод на литр.

Для перерасчета в мг-экв пользуются уравнением  $A \cdot 0,0227 = \text{мг-экв.}$

Эта методика проста, и для большинства количества вод она вполне применима. Однако необходимо иметь в виду, что для некоторых вод она дает повышенную ошибку. Если в воде имеются другие ионы слабых кислот (фосфатные, гуминовые, кремневая и др.), то соляная кислота будет вступать в реакции с ними, а это приведет к завышенным результатам.

Если вода имела  $\text{pH} > 8,37$ , то в ней содержались карбонаты. Часть кислоты пошла на разложение карбонатов по схеме:



следовательно, присутствие карбонатов в воде также приводит к завышенным результатам. Чтобы избежать этого, необходимо вычесть из количества бикарбонатов количество карбонатов.

Указанная методика, несмотря на всю ее простоту, дает хорошие результаты для подавляющего большинства пресных вод. Ошибка определений обычно не превышает 0,5 %, если присутствует большое количество бикарбонатов.

### **Работа № 8. Определение общего содержания ионов $\text{Na}^+$ и $\text{K}^+$ расчетным способом**

Ион натрия, так же как и ионы кальция и магния, присутствуют во всех природных водах. Его количество колеблется от нескольких мг/л (ультрапресные воды) до десятков и даже 100 мг/л и более (некоторые типы рассолов). Содержание иона калия в природных водах обычно значительно меньше, что объясняется повышенной сорбцией  $\text{K}^+$  поглощающим комплексом почв и пород и расходом его на питание растений.

Существует много методов как совместного, так и отдельного определения ионов натрия и калия. Наиболее простым является расчетный метод совместного определения ионов ( $\text{Na}^+ + \text{K}^+$ ). Однако этот метод дает удовлетворительные

результаты в тех случаях, когда определение остальных катионов и анионов выполнены с необходимой точностью.

В правильно выполненном анализе воды сумма эквивалентов катионов равна сумме эквивалентов анионов. Зная содержание всех основных анионов ( $\text{HCO}_3^-$ ,  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{Cl}^-$ ) и всех катионов ( $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ), за исключением  $\text{Na}^+$  и  $\text{K}^+$ , по разности получают сумму их миллиграмм-эквивалентов. Результаты анализа воды для расчета содержания суммы  $\text{Na}^+ + \text{K}^+$  занести в таблицу 4.

Таблица 4 - Содержание макрокомпонентов в результате химического анализа воды.

Основные ионы	Содержание ионов в мг/л	Содержание ионов в мг-экв/л
<b>Катионы:</b> $\text{Ca}^{2+}$ $\text{Mg}^{2+}$ Итого: <b>Анионы:</b> $\text{HCO}_3^-$ $\text{CO}_3^{2-}$ $\text{SO}_4^{2-}$ $\text{Cl}^-$ Итого:		

Так как содержание иона  $\text{K}^+$  в природных водах бывает, как правило, очень мало, то условно считают полученную разность эквивалентов соответствующей иону  $\text{Na}^+$ . Для вычисления содержания натрия в мг/л умножают полученное количество мг-экв/л на эквивалентный вес натрия, равный 23.

Например: Сумма всех анионов равна 30,14 мг-экв/л.

Сумма всех катионов равна 12,80 мг-экв/л.

Сумма ионов ( $\text{Na}^+ + \text{K}^+$ ) равна 17,34 мг-экв/л.

Тогда содержание  $\text{Na}^+ = 17,34 \cdot 23 = 399$  мг/л

### Работа № 9. Определение взвешенных веществ

Для определения взвешенных веществ хорошо взбалтывают исследуемую пробу, отбирают из нее 100 мл воды и фильтруют ее через складчатый фильтр. Полученный на фильтре осадок высушивают в сушильном шкафу при темпера-

туре 105°С до постоянного веса, затем охлаждают до комнатной температуры. Количество взвешенных веществ проводят по формуле :

$$X = \frac{(A_1 - A_2) \cdot 1000}{V} , \text{мг /л}$$

где  $A_1$  – вес фильтра с высушенным после фильтрования осадком, мг;

$A_0$  – вес чистого фильтра, мг;

$V$  – объем пробы, взятой для исследования, мл

### Литература

1. Никаноров А. М. Гидрохимия / А. М. Никаноров, Е.В. Посохов - Л.: Гидрометеоиздат, 1985. – 232 с.
2. Цыцарин Г. В Введение в гидрохимию / Г. В. Цыцарин - М.: Изд - во Моск. ун-та, 1988. – 104 с.
3. Резников А. А. Методы анализа природных вод / А. А. Резников, Е.П. Мумековская, И.Ю. Соколов - М.: Недра, 1970. – 488 с.
4. Цыцарин Г. В. Гидрохимический практикум / Г. В. Цыцарин, Н.А. Шмидеберг – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1972. – 128 с.
5. Строганов Н. С. Практическое руководство по гидрохимии / Н. С. Строганов, Н.С. Бузинова – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1980. – 257 с.



## Приложение

Таблица 5 - Показатели и содержание вредных веществ (наиболее часто встречающихся в природных водах на территории Российской Федерации)

Показатели	Нормативы ПДК	
	для вод хозяйственно-питьевого назначения	для вод рыбохозяйственного назначения
Запах при 20 <sup>0</sup> С ,баллы, не более	2	
Вкус и привкус при 20 <sup>0</sup> С,баллы,не более	2	
Цветность, градусы, не более	20 (35)	
Мутность по станд.шкале,мг/л,не более	1,5 (2,0)	
Водородный показатель (рН)	6,0 – 9,0	6,5 – 8,5
Общая минерализация (сухой остаток), мг/л	не выше1000(1500)	1000
Жесткость общая, мг-экв/л, не более	7 (10)	7
Окисляемость перманганатная, мг/л	5,0	
Растворенный кислород, мг/л	не ниже 4	не ниже 6
Х П К , мг О/л , не выше	15	30
Б П К <sub>5</sub> , мг О <sub>2</sub> /л , не более	3	2
Нефтепродукты, (суммарно) мг/л, не более	0,1	0,05
С П А В , (анионоактивные)мг/л , не более	0,5	0,1
Фосфаты , мг/л, не более	3,5	0,6
NH <sub>4</sub> <sup>+</sup> (по азоту), мг/л, не более	2	0,5
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> (по азоту), мг/л,не более	1,0	0,02
NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ( по NO <sub>2</sub> <sup>-</sup> ), мг/л, не более	3,3	0,08
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ( по азоту) , мг/л, не более	10,2	9,1
NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ( по NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ), мг/л, не более	45	40
Сульфаты (SO <sub>4</sub> <sup>2-</sup> ), мг/л, не более	500	100
Хлориды (Cl), мг/л, не более	350	300
Фториды (F), мг/л, не более	1,5	0,75
Гидрокарбонаты (HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> ),мг/л,более	500	до 400-500
Цианиды (CN <sup>-</sup> ), мг/л, не более	0,1	0,05
Кальций ( Ca <sup>2+</sup> ), мг/л	200	180
Магний ( Mg <sup>2+</sup> ), мг/л		40
Натрий ( N <sup>+</sup> ), мг/л	200	120
Калий ( K <sup>+</sup> ), мг/л		50
Железо (Fe ,суммарно) ,мг/л, не более	0,3 ( 1,0)	0,1
Кадмий (Cd,суммарно), мг/л, не более	0,001	0,0005
Активированная кремнекислота (по Si), мг/л,	10,0	20,0
Марганец (Mn,суммарно), мг/л, не более	0,1 (0,5)	0,01
Медь ( Cu,суммарно),мг/л , не более	1,0	0,001
Никель(Ni ,суммарно) ,мг/л, не более	0,1	0,01
Ртуть (Hg,суммарно) ,мг/л , не более	0,0005	0,0001
Цинк (Zn <sup>2+</sup> ), мг/л ,не более	5,0	0,01

**Содержание**

Предисловие.....	3
Химический состав природных вод.....	3
Работа№1. Определение физических свойств воды.....	5
Работа№2. Определение кальция.....	9.
Работа№3. Определение магния (по разности).....	11
Работа№4. Определение сульфатов.....	13
Работа№5. Определение хлоридов.....	16
Работа № 6 Определение карбонатов.....	19
Работа№7. Определение бикарбонатов.....	20
Работа№8. Определение общего содержания ионов Na <sup>+</sup> и K <sup>+</sup> расчетным способом .....	22
Работа №9. Определение взвешенных веществ.....	23
Литература.....	24
Приложение.....	25

Составитель	Прожорина Татьяна Ивановна
Редактор	Бунина Т. Д.

