

**ГОСУДАРСТВЕННОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО И ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«КАЗАНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
им. В. И. УЛЬЯНОВА-ЛЕНИНА»**

**Факультет географии и экологии
Кафедра прикладной экологии**

**АНАЛИЗ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ
И ЛАБОРАТОРНОЕ ДЕЛО**

Практикум

Казань – 2009

Печатается по решению
Учебно-методической комиссии
факультета географии и экологии
Казанского государственного университета

Составители: К.х.н., ассистент Г.Р. Валеева
К.х.н., доцент О.Г. Яковлева
Д.х.н., профессор В.З. Латыпова

Рецензент: Д.х.н., профессор Г.А. Евтюгин

Анализ загрязняющих веществ и лабораторное дело. – Казань:
Изд-во КГУ, 2009. – 40 с.

В практикуме рассмотрены основные правила работы в лаборатории с реактивами, химической посудой, основы химических методов анализа загрязняющих веществ в природных средах - гравиметрии и титриметрии.

Практикум предназначен для сопровождения практических работ по дисциплине «Анализ загрязняющих веществ и лабораторное дело» для студентов 2 курса факультета географии и экологии КГУ по специальности 020801 - экология.

Может представлять интерес для преподавателей, аспирантов, специалистов соответствующих профилей.

© Казанский государственный
университет, 2009

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
1. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ	6
1.1. Правила техники безопасности	6
1.2. Содержание рабочего места	7
1.3. Ведение лабораторного журнала	7
1.4. Правила работы с реактивами и посудой	9
2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	10
2.1. Основные термины и расчетные формулы	10
2.2. Виды титрования	11
2.3. Приготовление и стандартизация растворов титрантов	12
2.3.1. Метод отдельных навесок	12
2.3.2. Метод пипетирования	13
2.4. Кислотно-основное титрование	15
Практическая работа № 1. Приготовление и стандартизация 0,1М раствора хлороводородной кислоты	15
Практическая работа № 2. Приготовление и стандартизация 0,1М раствора щелочи	16
2.5. Осадительное титрование	19
Практическая работа № 3. Определение хлорид ионов в сточных водах методом Фольгарда	19
Практическая работа № 4. Определение сульфат-ионов в природных и сточных водах	21
2.6. Окислительно-восстановительное титрование	23
Практическая работа № 5. Определение окисляемости природных вод по методу Кубеля	23
Практическая работа № 6. Определение содержание растворенного кислорода в воде иодометрическим методом (по Винклеру)	25
Практическая работа № 7. Определение бихроматной окисляемости (ХПК) природных вод	28
2.7. Комплексонометрическое титрование	29
Практическая работа № 8. Определение общей жесткости воды методом комплексонометрии	30
3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ	32
3.1. Основные термины и расчетные формулы	32
3.2. Применение методов гравиметрического анализа для	32

исследования природных сред	
Практическая работа № 9. Определение сульфат-ионов в сточных водах	33
Практическая работа № 10. Определение влажности почвенных проб	35
Практическая работа № 11. Определение влагоемкости почвы	37
Практическая работа № 12. Определение взвешенных в воде веществ	37
Практическая работа № 13. Определение сухого остатка в пробе воды	39
ЛИТЕРАТУРА	40

ВВЕДЕНИЕ

Курс "Основы анализа загрязняющих веществ и лабораторное дело" является одной из химических дисциплин блока естественнонаучных дисциплин. Курс читается в 3 семестре и опирается на базовые понятия общей химии, включенные в курс "Общая и неорганическая химия" (1 семестр). Помимо лекций, курс включает лабораторный практикум, на котором студенты знакомятся с основами лабораторного дела (основными видами лабораторной посуды и оборудования, аналитическими весами, способами концентрирования и очистки веществ, способами приготовления растворов), а также с классическими методами количественного анализа (гравиметрия и титриметрия) на примере определения индивидуальных загрязняющих веществ и групповых показателей загрязнения природных сред. При рассмотрении объемных и весовых методов анализа особое внимание уделяется химическим процессам, протекающим в растворах при осаждении и титровании. Рассматриваются ионные равновесия в водных средах и даются алгоритмы расчетов, связанных с проведением количественного анализа (расчет рН в растворах сильных и слабых кислот и оснований, определение степени диссоциации и гидролиза, расчет минимальной навески вещества и требуемого избытка осадителя).

Учебно-методическое пособие предназначено для изучения и сопровождения практических работ по дисциплине «Анализ загрязняющих веществ и лабораторное дело» для студентов 2 курса факультета географии и экологии КГУ, обучающихся по специальности 020801 – экология.

Знания и навыки, полученные студентами при изучении данного курса, используются далее при изучении ряда общепрофессиональных дисциплин.

1. ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ И ОСНОВНЫЕ ПРАВИЛА РАБОТЫ В ЛАБОРАТОРИИ

1.1. Правила техники безопасности

1. Студент допускается к работе в лаборатории только после инструктажа по технике безопасности, что подтверждается росписью студента и лица, проводившего инструктаж, в специальном журнале.
2. Все студенты, прошедшие инструктаж, должны строго придерживаться правил техники безопасности. За несоблюдение правил установлена ответственность в административном порядке.
3. Работа студента в лаборатории разрешается в часы, отведенные по расписанию, а также в дополнительное время, согласованное с преподавателем, под наблюдением преподавателя или лаборанта.
4. Запрещается принимать пищу в лаборатории, пробовать на вкус химические вещества, оставлять какие-либо реактивы в посуде без соответствующей надписи.
5. Все растворы, не подлежащие сливу в канализацию (органические растворители, соли ртути и серебра, легковоспламеняющиеся жидкости, концентрированные кислоты и щелочи и т. д.), следует выливать в особые банки для слива, получив указание лаборанта.
6. Концентрированные кислоты и щелочи, сильнодействующие реактивы (бром и др.) надо хранить в вытяжном шкафу под тягой на подносе и не выносить их оттуда.
7. При всех работах с едкими веществами (кислоты, щелочи и др.) необходимо соблюдать максимальную осторожность, имея в виду, что несчастные случаи всегда происходят в результате неосведомленности, невнимательности или небрежности работающего.
8. Беря вещество для опыта, следует внимательно прочитать этикетку и проверить содержимое по качественным признакам (цвет, запах, консистенция и др.).
9. При попадании едкого вещества на стол или на пол следует это место сразу же засыпать песком, затем песок собрать и вынести из помещения. Облитое кислотой место промыть раствором соды.
10. Реакции, которые могут сопровождаться сильным разогревом (растворение кислот, щелочей), следует проводить только в посуде из химического стекла, а не в толстостенной посуде. При этом реакционный сосуд помещают в кристаллизатор.

11. Засасывать едкие жидкости в пипетку необходимо только с помощью груши или пневмонасоса, а не ртом.

12. Нагревать растворы на плитке следует только в посуде из химического стекла без пробки. При этом посуда должна быть сухой снаружи. Брать нагретые предметы необходимо с помощью полотенца или специальных напальчников.

1.2. Содержание рабочего места

Рабочее место аналитика — лабораторный стол, оборудованный полками и ящиками для хранения реактивов и посуды и оснащенный подводкой электричества, газа, воды и т.п.

Приступая к выполнению работы, студент должен внимательно прочитать ее описание и в соответствии с ним подготовить необходимую химическую посуду и реактивы, расположив их так, чтобы удобно было ими пользоваться. Все лишнее следует убрать на полки или в ящики стола.

Одно из условий получения правильных результатов — чистота рабочего места, так как даже небольшие загрязнения посуды или реактивов могут значительно исказить полученные данные. Случайно разлитое на стол вещество нужно немедленно убрать, а стол хорошо вымыть.

По окончании работы растворы, которые еще понадобятся, следует убрать в ящик, а приборы выключить и зачехлить, после чего сдать рабочее место дежурному по группе или лаборанту. Используемые растворы и реактивы, по указанию лаборанта, нужно слить, посуду освободить, вымыть и убрать на место, где она должна храниться.

1.3. Ведение лабораторного журнала

На практике часто приходится использовать ранее полученные данные: составлять сводные отчеты, оформлять материал для публикации в печати, анализировать и сопоставлять результаты, полученные в течение определенного периода, или проверять их в сомнительных случаях. Поэтому полная и своевременная запись хода и результатов анализа или другой выполняемой работы имеет большое значение.

Форма записи экспериментальных и других данных должна содержать ряд обязательных сведений и быть в какой-то мере стандартной. Ниже даны общие рекомендации по ведению лабораторного журнала.

1. Для ведения журнала используют общую тетрадь, в которой сразу же нумеруют все страницы. Первые одну-две страницы оставляют для оглавления, которое составляют по ходу работы. Результаты всех измерений или других операций записывают в журнал, используя правые страницы; левые страницы оставляют для расчетов. Категорически запрещается делать записи на разрозненных листках бумаги.
2. В журнале обязательно указывают дату выполнения эксперимента. Работа должна иметь название — заголовок, а каждый ее этап — подзаголовок, поясняющий выполняемую операцию. Кратко описывают ход работы и приводят использованные литературные источники. Если анализ выполняется в точном соответствии с приведенной в литературе методикой, можно ограничиться лишь ссылкой на нее.
3. Результаты определений сводят в таблицы, в которых должны быть не только итоговые, но и все исходные и справочные величины. Графики строят на миллиметровой бумаге с точным обозначением величин на осях координат, и приводят их единицы измерения; графики снабжают заголовком, проставляют дату эксперимента и вклеивают в журнал.
4. Перед таблицей указывают тип и марку прибора, на котором проводились измерения, условия опыта (например, длину волны или силу тока и т. д.), а в самом отчете приводят принципиальную схему прибора с указанием его основных узлов.
5. Все записи сразу же вносят в журнал, не надеясь на память. Записывают чернилами. Ничего не стирают и не исправляют в журнале; в случае ошибки цифру или слово зачеркивают, проставив исправленное над зачеркнутым или рядом с ним. Здесь же поясняют причину исправления: «неправильный расчет» или «повторный результат» и т.д. Если неправильным оказался большой материал, не вырывают страницы из журнала: достаточно перечеркнуть их по диагонали, указав причину вычеркивания.

1.4. Правила работы с реактивами

Твердые реактивы

1. Реактив берут из банки фарфоровым или стеклянным шпателем. Металлический шпатель применять не рекомендуется.
2. Просыпавшийся на стол реактив нельзя высыпать обратно в ту же банку во избежание загрязнений.
3. Взвешивать реактивы можно только в сухом стаканчике или на часовом стекле.
4. Отобранную порцию реактива следует пересыпать в чистый и высушенный стакан или бюкс с крышкой; хранить сухие вещества в бумаге ни в коем случае нельзя.

Жидкие реактивы

1. Растворы хранят в склянках, снабженных пробкой (лучше стеклянной) и четкой этикеткой с указанием названия реактива, его формулы, марки, концентрации и даты приготовления. Применение корковых и резиновых пробок нежелательно. В крайнем случае, резиновые пробки перед употреблением надо прокипятить в воде или обернуть полиэтиленом.
2. Растворы веществ, разлагающихся на свету, нужно хранить в темных или желтых склянках.
3. Растворы аммиака и едких щелочей не рекомендуется хранить в стеклянной посуде, так как они при этом загрязняются веществами, выщелачиваемыми из стекла, — соединениями натрия, кальция, кремниевой кислотой и др. Лучше хранить аммиак и щелочи в посуде из полиэтилена.
4. Нельзя класть пробки, закрывающие растворы, прямо на стол; отлитый из склянки реактив нельзя возвращать обратно в склянку и т.д.
5. Все растворы следует готовить на дистиллированной воде, а при определении микропримесей и при работе с особо чистыми веществами пользоваться только дважды перегнанной водой — бидистиллятом.

2. ТИТРИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

2.1. Основные термины и расчетные формулы

Титриметрический анализ основан на точном измерении объема стандартного раствора реагента (титранта), израсходованного на реакцию с определяемым веществом.

Раствор титранта должен быть *стандартизован*. Под стандартизацией раствора титранта имеют в виду установление его точной концентрации с относительной погрешностью, обычно не превышающей $\pm 0,1\%$.

Расчет результатов титриметрического анализа основан на *принципе эквивалентности*, в соответствии с которым вещества реагируют между собой в эквивалентных количествах.

Установление объема титранта данной концентрации, соответствующего эквивалентному количеству определяемого вещества, производят с помощью индикатора.

Если известна молярная концентрация щелочи $c(\text{NaOH})$ и объем этого раствора $V(\text{NaOH})$, израсходованный на титрование кислоты, то количество щелочи n (моль), затраченное на реакцию, будет равно:

$$n(\text{NaOH}) = c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) / 1000 \quad (2.1)$$

В *точке эквивалентности* количество щелочи, израсходованное на реакцию, равно количеству кислоты в анализируемом растворе:

$$n(\text{NaOH}) = n(\text{HCl}). \quad (2.2)$$

Подставляем соотношение (2.1) в уравнение (2.2) и получаем:

$$\frac{c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH})}{1000} = n(\text{HCl}). \quad (2.3)$$

Число молей эквивалента кислоты, находящееся в анализируемом растворе, можно также представить соотношением:

$$n(\text{HCl}) = \frac{c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl})}{1000}. \quad (2.4)$$

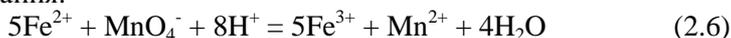
Подстановка соотношения (2.4) в уравнение (2.3) приводит к уравнению:

$$c(\text{NaOH}) \cdot V(\text{NaOH}) = c(\text{HCl}) \cdot V(\text{HCl}). \quad (2.5)$$

Если известен объем анализируемого раствора, из уравнения (2.5) можно рассчитать его концентрацию.

Аналогично рассчитывают результаты анализа в методах окислительно-восстановительного титрования. Например, железо часто опре-

деляют перманганатометрически в соответствии с уравнением реакции титрования:



Количество KMnO_4 , израсходованное на титрование, будет равно:

$$n(1/5 \text{KMnO}_4) = \frac{c(1/5 \text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)}{1000}, \quad (2.7)$$

где $c(1/5 \text{KMnO}_4)$ – молярная концентрация $1/5 \text{KMnO}_4$; $f_{\text{экв}} = 1/5$; $V(\text{KMnO}_4)$ – объем раствора KMnO_4 .

В соответствии с законом эквивалентности

$$n(\text{Fe}^{2+}) = n(1/5 \text{KMnO}_4), \quad (2.8)$$

или

$$c(\text{Fe}^{2+}) \cdot V(\text{Fe}^{2+}) = c(1/5 \text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4). \quad (2.9)$$

Из уравнения (2.9) можно определить концентрацию железа в анализируемой пробе, если известен ее объем, а путем подстановки выражения (2.7) в уравнение (2.8) – рассчитать массу железа (г) в анализируемом растворе по уравнению:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = \frac{c(1/5 \text{KMnO}_4) \cdot V(\text{KMnO}_4)}{1000} M(\text{Fe}^{2+}), \quad (2.10)$$

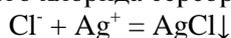
где $M(\text{Fe}^{2+})$ – молярная масса железа, г/моль.

2.2. Виды титрования

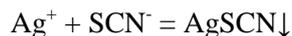
В методах *прямого титрования* определяемое вещество непосредственно реагирует с титрантом. Для проведения анализа этим методом достаточно одного стандартного раствора.

В методах *обратного титрования* (или, как их еще называют, методах *титрования по остатку*) используют два стандартных раствора – основной и вспомогательный. Широко известно, например, обратное титрование хлорид-иона в кислых растворах.

К анализируемому раствору, содержащему хлорид-ионы сначала добавляют заведомый избыток титрованного раствора нитрата серебра (основного стандартного раствора). При этом происходит реакция образования малорастворимого хлорида серебра:

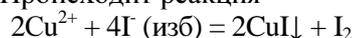


Не вступившее в реакцию избыточное количество AgNO_3 оттитровывают раствором тиоцианата аммония (вспомогательного стандартного раствора):



Количество хлорида в этом случае легко рассчитать, так как известно общее количество AgNO_3 , введенное в раствор, и количество AgNO_3 , не вступившее в реакцию с хлоридом.

В методе *титрования по замещению* к определяемому веществу добавляют избыток специального реагента, вступающего в реакцию с определяемым веществом. Один из продуктов взаимодействия, количество которого эквивалентно количеству определяемого вещества, оттитровывают затем стандартным раствором. Например, при иодометрическом определении меди к анализируемому раствору добавляют заведомый избыток KI. Происходит реакция



Выделившийся иод оттитровывают тиосульфатом натрия.

2.3. Приготовление и стандартизация растворов титрантов

Существует два основных способа приготовления растворов точной концентрации.

По первому способу точную навеску стандартного вещества помещают в мерную колбу и после растворения доводят раствор в колбе до метки, фиксируя таким образом точный объем полученного раствора. По второму способу точную концентрацию раствора устанавливают путем его титрования стандартным раствором точно известной концентрации. На практике обычно поступают следующим образом.

1. Для получения раствора заданной концентрации (*первичного стандарта*) точную навеску вещества из весового стаканчика (*бюкса*) количественно переносят в мерную колбу. С этой целью взвешенное вещество осторожно пересыпают через сухую воронку в колбу; многократно промывают стенки бюкса над воронкой струей воды из промывалки и, наконец, омывают дистиллированной водой воронку и убирают ее. Наливают растворитель в колбу до одной трети или половины ее объема и, не закрывая пробкой, перемешивают раствор до полного растворения навески круговыми движениями. Затем колбу до метки наполняют водой (растворителем). Такие растворы называются *приготовленными*.

Стандартные вещества, которые используют для приготовления первичного стандарта, должны удовлетворять следующим требованиям: 1) быть химически чистыми; 2) иметь состав, отвечающий химической формуле; 3) быть устойчивыми при хранении и в твердом виде, и в растворе; 4) обладать большой молярной массой эквивалента.

Разновидностью данного способа является приготовление стандартных растворов из фиксаналов (стандарт-титров). Фиксанал представляет собой запаянную стеклянную ампулу, содержащую точную навеску стандартного твердого вещества (или определенный объем титрованного раствора), необходимую для приготовления 1 л раствора строго определенной концентрации. Приготовление стандартного раствора из фиксанала заключается в том, чтобы количественно перенести содержимое ампулы в мерную колбу вместимостью 1 л и довести полученный раствор до метки дистиллированной водой. С этой целью в горло мерной колбы вставляют воронку, снабженную специальным шипом (бойком), с помощью которого прокалывают тонкостенное дно ампулы. Затем с помощью острой стеклянной палочки пробивают стенку ампулы в небольшом углублении в верхней ее части. Через образовавшееся отверстие обмывают внутреннюю поверхность ампулы струей дистиллированной воды из промывалки. Воронку также многократно ополаскивают водой и удаляют из колбы. Полученный раствор доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают.

2. Для приготовления *вторичных стандартов* (или *установленных растворов*) нет необходимости брать точную навеску вещества. Вещество взвешивают на технических весах (или отмеряют мерным цилиндром), растворяют и разбавляют до определенного объема. Точную концентрацию раствора устанавливают титрованием с помощью раствора первичного стандарта. Титрование заключается в постепенном добавлении из бюретки одного раствора (титранта) к другому, находящемуся в конической колбе, до изменения окраски индикатора.

При стандартизации растворов используют: 1) метод отдельных навесок; 2) метод пипетирования.

2.3.1. Метод отдельных навесок

Рассчитывают такую массу навески стандартного вещества ($m_{ст}$), чтобы расход титранта (стандартизуемого раствора) на ее титрование составлял 18-20 мл. На аналитических весах «методом отсыпания» взвешивают три навески, которые могут отличаться от рассчитанной на $\pm 10\%$.

С этой целью сначала на технических весах взвешивают чистый сухой бюкс (или стаканчик) с такой массой вещества, которой достаточно для трех навесок. Затем бюкс со стандартным веществом взвешивают на аналитических весах. Записав массу бюкса с веществом в лабораторный журнал, снимают его с чашки весов и легким постукиванием

указательного пальца правой руки отсыпают примерно третью часть содержимого бюкса в коническую колбу. Бюкс при этом располагается над центром горлышка колбы. Возвращают его в вертикальное положение, не допуская потерь вещества, и вновь взвешивают. Разность первого и второго взвешиваний не должна отличаться от $m_{ст}$ больше чем на $\pm 10\%$. В случае если навеска окажется меньше $m_{ст}$, повторным отсыпанием добиваются, чтобы она установилась в указанных пределах. Навеску выше рассчитанной отбрасывают, колбу моют и навеску берут заново. Результаты всех взвешиваний записывают в лабораторный журнал.

В каждую колбу приливают приблизительно по 20 мл дистиллированной воды, перемешивают до полного растворения стандартного вещества, вводят 1-2 капли индикатора и титруют. По бюретке делают отсчет объема стандартизуемого раствора и записывают в журнал. Рассчитывают молярную концентрацию титранта (стандартизуемого раствора) для каждой навески стандартного вещества и расхождение (в процентах) между наибольшим и наименьшим результатами. Если расхождение не превышает 0,2-0,3%, то берут среднее значение концентрации из всех трех результатов. В случае большего расхождения взвешивают еще одну навеску стандартного вещества, титруют ее, находят четвертый результат и снова проверяют сходимость значений молярной концентрации.

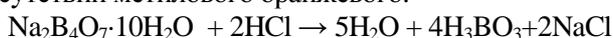
2.3.2. Метод пипетирования

При стандартизации растворов этим методом рассчитывают навеску стандартного вещества, необходимую для приготовления заданного объема раствора первичного стандарта с концентрацией, как правило, близкой к молярной концентрации титранта (стандартизуемого раствора). Взвешенную на аналитических весах навеску количественно переносят в мерную колбу через воронку, смывая навеску из стаканчика струей воды из промывалки. По окончании растворения стандартного вещества раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Аликвоту полученного раствора отбирают пипеткой, предварительно ополоснутой этим раствором, в коническую колбу для титрования и титруют стандартизуемым раствором. При стандартизации раствора титрование проводят не менее трех раз. Если объемы, затраченные на титрование, совпадают между собой в пределах 0,2-0,3%, то берут из них среднее значение и рассчитывают молярную концентрацию титранта. В случае большего расхождения проводят повторное титрование.

2.4. Кислотно-основное титрование

Практическая работа № 1. Приготовление и стандартизация 0,1М раствора хлороводородной кислоты

Стандартизация раствора хлороводородной кислоты методом отдельных навесок основана на титровании точной навески буры раствором кислоты в присутствии метилового оранжевого:



Стандартный раствор хлороводородной кислоты готовят разбавлением концентрированного раствора HCl.

Реактивы. Хлороводородная кислота HCl (конц.). Тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (к). Метилоранжевый, 0,1% раствор.

Посуда. Колба мерная (500 мл). Бюретка (25 мл). Цилиндр мерный (10 мл). Колба коническая (250-300 мл). Весовой стаканчик.

Выполнение работы. Рассчитывают объем концентрированной хлороводородной кислоты плотностью $1,17 \text{ г/см}^3$, необходимый для приготовления 500 мл 0,1М раствора. Рассчитанный объем кислоты (~4,5-4,6 мл) переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, ополаскивают мерный цилиндр 2-3 раза дистиллированной водой, сливая промывную жидкость в ту же колбу. Разбавляют раствор до метки водой и тщательно перемешивают.

Для определения точной концентрации кислоты используют тетраборат натрия $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$ (буру), карбонат натрия или другие вещества.

Расчет массы навески буры на одно титрование (расход кислоты ~ 20 мл) проводят по уравнению:

$$\begin{aligned} m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) &= \frac{c(\text{HCl})V(\text{HCl})}{1000} M(1/2\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}) = \\ &= \frac{0,1 \cdot 20}{1000} \cdot 190,69 = 0,38\text{г} \end{aligned}$$

где $M(1/2 \text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})$ – молярная масса эквивалента буры.

Методом отсыпания взвешивают несколько точных навесок буры ($0,38 \pm 0,04 \text{ г}$) в конические колбы для титрования.

В каждую колбу приливают приблизительно по 20 мл дистиллированной воды, перемешивают до растворения всех кристаллов буры и вводят 1-2 капли индикатора метилового оранжевого.

Бюретку ополаскивают 2-3 раза несколькими миллилитрами (2-3 мл) приготовленного раствора кислоты, заполняют этим раствором и, установив уровень кислоты в бюретке на нуле, приступают к титрованию. Кислоту приливают сначала быстро (до 15 мл), все время перемешивая круговыми движениями содержимое колбы, а затем по каплям до перехода окраски от желтой к оранжевой. Делают отсчет объема кислоты, затраченного на титрование (с точностью до сотых долей миллилитра), и записывают в журнал.

Для титрования второй навески буры снова доливают кислоту в бюретку, устанавливают уровень раствора на нулевом делении и титруют вторую навеску, а затем третью.

Рассчитывают молярную концентрацию раствора хлороводородной кислоты для каждой навески по формуле:

$$c(\text{HCl}) = \frac{m(\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O})1000}{M\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}\right)V(\text{HCl})}$$

Если расхождение между отдельными определениями не превышает 0,2-0,3 %, берут среднее значение молярной концентрации HCl из трех результатов.

Практическая работа № 2. Приготовление и стандартизация 0,1М раствора щелочи

Стандартизация раствора NaOH основана на титровании точной навески щавелевой кислоты $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ или аликвоты стандартного раствора щавелевой кислоты раствором гидроксида натрия в присутствии фенолфталеина. Точная концентрация раствора гидроксида натрия может быть установлена также по титрованному раствору хлороводородной кислоты. Стандартный раствор гидроксида натрия готовят разбавлением концентрированного бескарбонатного раствора щелочи.

Реактивы. Гидроксид натрия NaOH (к). Щавелевая кислота $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (к). Хлороводородная кислота HCl, 0,1 М раствор (стандартизация раствора, см. практическую работу № 1). Фенолфталеин, спиртовой 0,1% раствор. Метилловый оранжевый, 0,1% раствор.

Посуда. Колбы мерные (100, 250 мл). Пипетка (20 мл). Бюретка (25 мл). Колба коническая (250-300 мл). Цилиндр мерный (100 мл). Весовой стаканчик. Воронка.

Выполнение работы. Препарат гидроксида натрия, хранящийся на воздухе, всегда содержит некоторое количество воды и карбоната натрия. Карбонат натрия вследствие малой растворимости в концентрированном растворе NaOH выпадает в осадок. После отстаивания раствора чистый слой жидкости над осадком тщательно декантируют и разбавляют дистиллированной водой, не содержащей CO₂, до необходимой концентрации.

По другому методу карбонат-ионы из раствора NaOH осаждают в виде BaCO₃, добавляя к раствору щелочи раствор хлорида бария.

Раствор гидроксида натрия, не содержащий карбоната, можно приготовить растворением в воде очищенного металлического натрия. Однако это способ небезопасен из-за возможности возгорания и взрыва.

Бескарбонатный раствор гидроксида натрия можно приготовить также растворением его в небольшом объеме безводного этилового спирта. После отделения осадка карбоната натрия, нерастворимого в спирте, раствор NaOH разбавляют необходимым объемом воды, свободной от CO₂.

Во избежание образования карбоната при хранении растворы гидроксида натрия защищают от атмосферного углекислого газа. Сосуды снабжают специальными поглотительными трубками с натронной известью (аскаритом).

Одним из указанных способов готовят 250 мл 0,1M раствора гидроксида натрия.

Стандартизация раствора щелочи по титрованному раствору хлороводородной кислоты. Предварительно вымытую бюретку ополаскивают 2—3 раза малыми порциями (3—5 мл) приготовленного раствора NaOH. Заполняют бюретку раствором щелочи и закрывают ее пробкой, снабженной трубкой с натронной известью.

Отбирают аликвоту (20 мл) стандартного раствора хлороводородной кислоты в коническую колбу для титрования вместимостью 250—300 мл и приливают 1—2 капли метилового оранжевого. Титруют раствором щелочи сначала быстро, а под конец — по каплям до перехода розовой окраски в желтую. При титровании с метиловым оранжевым удобно пользоваться *свидетелем*. Для его приготовления в другую коническую колбу вносят с помощью мерного цилиндра 40 мл дистил-

лированной воды, 1 каплю метилового оранжевого и 1—2 капли 0,1М раствора хлороводородной кислоты.

Молярную концентрацию раствора щелочи рассчитывают по формуле

$$c(\text{NaOH}) = c(\text{HCl})V(\text{HCl})/V(\text{NaOH}),$$

где $V(\text{HCl})$ — объем пипетки, которой дозировалась хлороводородная кислота; $V(\text{NaOH})$ — объем щелочи, израсходованный на титрование кислоты.

Если значения молярной концентрации NaOH по результатам трех титрований различаются не больше чем на 0,2—0,3%, берут в качестве наиболее вероятного значения среднее арифметическое. При больших расхождениях проводят повторное титрование.

Стандартизация раствора щелочи по щавелевой кислоте $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$. 1. *Метод отдельных навесок.* Рассчитывают массу навески щавелевой кислоты, чтобы на ее титрование расходовалось 18—20 мл 0,1М раствора щелочи. На аналитических весах методом отсыпания взвешивают три навески. Растворяют навеску щавелевой кислоты примерно в 20 мл дистиллированной воды, свободной от CO_2 . Прибавляют в каждую из колб по 3—4 капли фенолфталеина и титруют раствор щавелевой кислоты раствором щелочи. Титрование заканчивают, когда окраска раствора становится малиновой и сохраняется в течение примерно 30 с. Рассчитывают молярную концентрацию раствора щелочи для каждой из взятых навесок по формуле

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot 1000}{M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right)V(\text{NaOH})},$$

где $m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ - масса навески щавелевой кислоты; $M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right)$ — молярная масса эквивалента щавелевой кислоты; $V(\text{NaOH})$ — объем раствора щелочи.

Если расхождение значений $c(\text{NaOH})$ для трех титрований не превышает 0,2% , берут среднее значение из всех результатов.

2. *Метод пипетирования.* При установлении молярной концентрации раствора этим методом рассчитывают массу навески щавелевой кислоты, необходимую для приготовления 100 мл 0,05М раствора $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$. Взвешенную на аналитических весах навеску щавелевой кислоты количественно переносят в мерную колбу вместимостью 100 мл через воронку. По окончании растворения кристаллов щавелевой кислоты раствор в колбе доводят до метки дистиллированной водой и

аликвоту полученного раствора щавелевой кислоты пипеткой вместимостью 20 мл переносят в колбу для титрования. Приливают 3—4 капли фенолфталеина и титруют раствором NaOH до появления малиновой окраски, устойчивой примерно в течение 30 с.

Рассчитывают молярную концентрацию раствора щелочи по формуле

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m(\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) \cdot V_n \cdot 1000}{M\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}\right) \cdot V_{\kappa} \cdot V(\text{NaOH})}$$

и берут среднее арифметическое значение из сходящихся в пределах $\pm 0,2-0,3\%$ результатов титрования.

2.5. Осадительное титрование

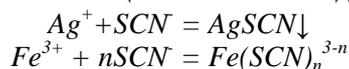
Практическая работа № 3. Определение хлорид ионов в сточных водах методом Фольгарда

Определение хлоридов в окрашенных органических веществах, сильно загрязненных сточных водах проводят после предварительного выпаривания таких вод в щелочной среде досуха. Остаток после выпаривания слегка прокаливают, растворяют в горячей воде и определяют содержание хлоридов методом Фольгарда.

К анализируемому раствору добавляют избыток стандартного раствора нитрата серебра:



Осадок хлорида серебра отделяют фильтрованием, а остаток нитрата серебра титруют рабочим раствором тиоцианата аммония в присутствии железоаммонийных квасцов в качестве индикатора:



Реактивы. Нитрат серебра AgNO_3 , 0,01 М раствор (стандартизация раствора см. ниже). Тиоцианат аммония NH_4SCN , 0,01 М раствор. Железоаммонийные квасцы $\text{NH}_4\text{Fe}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$, насыщенный раствор, содержащий азотную кислоту для подавления гидролиза. Фенолфталеин, 1%-й спиртовой раствор. Карбонат натрия $\text{Na}_2\text{CO}_3(\kappa)$ (проверить на отсутствие хлоридов). Азотная кислота HNO_3 , 6М раствор.

Посуда. Пипетки (10, 25 мл). Бюретка (25 мл). Цилиндры мерные (10, 100 мл). Колба коническая (250-300 мл). Чашка фарфоровая. Стекло часовое.

Приготовление и стандартизация 0,01 М раствора нитрата серебра. Рассчитывают массу навески AgNO_3 , необходимую для приготовления 500 мл 0,01М раствора нитрата серебра.

Навеску препарата AgNO_3 взвешивают на аналитических весах и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют и доводят до метки дистиллированной водой.

Готовят 0,01М раствор хлорида натрия (первичный стандарт) путем растворения навески хлорида натрия в мерной колбе вместимостью 100 мл. Аликвоту полученного раствора NaCl пипеткой на 20 мл переносят в колбу для титрования, прибавляют 1 мл 5%-го раствора K_2CrO_4 и титруют рабочим раствором AgNO_3 , при энергичном перемешивании раствора с осадком.

Титрование заканчивают, когда чисто желтый цвет жидкости со взмученным в ней осадком приобретают грязноватый красно-бурый оттенок.

Содержимое колбы после окончания титрования сливают в специально предназначенный для этого сосуд.

Молярную концентрацию AgNO_3 рассчитывают по формуле:

$$c(\text{AgNO}_3) = \frac{m(\text{NaCl}) \cdot 1000 \cdot V_n}{M(\text{NaCl}) V_K V(\text{AgNO}_3)}$$

Приготовление и стандартизация 0,01М раствора NH_4SCN . Рассчитывают массу навески тиоцианата аммония, необходимую для приготовления 250 мл 0,01М раствора NH_4SCN . Навеску NH_4SCN , взятую на аналитических весах, через воронку переносят в мерную колбу вместимостью 250 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Приготовленный таким образом приблизительно 0,01М раствор NH_4SCN помещают в бюретку и титруют им aliquоту 0,01М раствора AgNO_3 (20 мл), предварительно разбавив до 100 мл водой и прибавив 2-3 мл раствора индикатора – насыщенного раствора железоммонийных квасцов. Титрование проводят при энергичном перемешивании раствора до появления не исчезающей красноватой окраски раствора.

Молярную концентрацию раствора NH_4SCN рассчитывают по формуле

$$c(\text{NH}_4\text{SCN}) = \frac{c(\text{AgNO}_3) V(\text{AgNO}_3)}{V(\text{NH}_4\text{SCN})},$$

где $c(\text{AgNO}_3)$ – молярная концентрация AgNO_3 ; $V(\text{AgNO}_3)$ – объем стандартного раствора AgNO_3 , взятый на титрование; $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – объем раствора NH_4SCN , затраченный на титрование аликвоты раствора AgNO_3 .

Выполнение работы. В фарфоровую чашку помещают 100 мл анализируемой пробы воды, содержащей 3-15 мг хлорид-иона/л, прибавляют несколько капель фенолфталеина, насыпают безводный карбонат натрия в количестве, несколько большем, чем требуется для нейтрализации воды по фенолфталеину, и выпаривают раствор по водяной бане досуха. Затем осторожно прокаливают сухой остаток до сгорания органических веществ, охлаждают чашку, наливают в нее около 50 мл дистиллированной воды и перемешивают.

После растворения всех растворимых солей прикрывают чашку часовым стеклом, подводя конец капилляра под часовое стекло, наливают в чашку 5 мл 6М азотной кислоты и прибавляют 25 мл 0,01М раствора нитрата серебра.

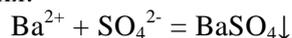
Выделившийся осадок хлорида серебра отфильтровывают, собирая фильтрат в коническую колбу, и тщательно промывают фарфоровую чашку, часовое стекло и осадок на фильтре разбавленной (1:9) азотной кислотой, присоединяя промывные воды к фильтрату. Затем приливают к фильтрату 1-2 мл железоаммонийных квасцов и титруют 0,01М раствором NH_4SCN до появления красноватой окраски раствора.

Концентрацию хлорид-ионов (мг/л) вычисляют по формуле $c(\text{Cl}^-) = \frac{[c(\text{AgNO}_3)V(\text{AgNO}_3) - c(\text{NH}_4\text{SCN})V(\text{NH}_4\text{SCN})]M(\text{Cl}^-)}{V(\text{H}_2\text{O})}$, где

$c(\text{AgNO}_3)$ – молярная концентрация титрованного раствора AgNO_3 ; $V(\text{AgNO}_3)$ – объем титрованного раствора AgNO_3 , введенный в избытке в анализируемый раствор; $c(\text{NH}_4\text{SCN})$, $V(\text{NH}_4\text{SCN})$ – молярная концентрация и объем стандартного раствора NH_4SCN , затраченный на титрование избытка раствора AgNO_3 ; $M(\text{Cl}^-)$ – молярная масса хлорид-иона; $V(\text{H}_2\text{O})$ – объем воды, взятый на анализ.

Практическая работа № 4. Определение сульфат-ионов

Бариметрическое определение сульфат-ионов состоит в титровании нейтрального или слабокислого раствора сульфата стандартным раствором хлорида бария:



В качестве индикатора используют ортаниловый К или ализариновый красный С.

Реактивы. Хлорид бария $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ (к), 0,005М $BaCl_2$ раствор (стандартизация раствора см. ниже). Сульфат натрия Na_2SO_4 (к). Ализариновый красный С, 0,1%-й водный раствор. Ортаниловый К, 0,1% -й водный раствор.

Посуда. Колба мерная (100 мл). Пипетка (10 мл). Бюретка (25 мл). Цилиндр мерный (50 мл). Колба коническая (250—300 мл). Стаканчик весовой (бюкс). Воронка стеклянная.

Приготовление и стандартизация рабочего раствора хлорида бария. Раствор хлорида бария готовят по навеске препарата $BaCl_2 \cdot 2H_2O$. Стандартизация раствора основана на титровании аликвоты стандартного раствора сульфата натрия раствором хлорида бария. В качестве индикатора применяют ортаниловый К, родизонат натрия или ализариновый красный С.

Рассчитывают массу навески хлорида бария $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, необходимую для приготовления 250 мл 0,005М раствора хлорида бария. Навеску препарата $BaCl_2 \cdot 2H_2O$ взвешивают на технических весах, переносят через воронку в мерную колбу вместимостью 250 мл, растворяют в воде и доводят раствор до метки.

В качестве установочного вещества для стандартизации раствора хлорида бария используют сульфат натрия марки «х.ч.».

Готовят 0,005М раствор сульфата натрия (первичный стандарт) путем растворения рассчитанной навески сульфата натрия в колбе вместимостью 100 мл. Аликвоту полученного раствора (10 мл) пипеткой переносят в колбу для титрования, добавляют 30 мл ацетона и несколько капель индикатора — ортанилового К (или ализаринового красного С). Смесь титруют раствором хлорида бария до перехода окраски из сине-фиолетовой в светло-голубую (или из желтой в розовую в случае использования ализаринового красного С).

Молярную концентрацию хлорида бария рассчитывают по формуле

$$c(BaCl_2) = \frac{m(Na_2SO_4) \cdot 1000V_n}{M(Na_2SO_4)V_k V(BaCl_2)},$$

где $m(Na_2SO_4)$ – масса навески сульфата натрия; $M(Na_2SO_4)$ – молярная масса сульфата натрия; V_k – объем колбы, в которой растворена навес-

ка Na_2SO_4 ; $V_{\text{п}}$ – объем пипетки, с помощью которой отбиралась аликвота раствора сульфата натрия на титрование; $V(\text{BaCl}_2)$ – объем раствора хлорида бария, затраченный на титрование аликвоты стандартного раствора Na_2SO_4 .

Выполнение работы. Анализируемый раствор, содержащий 0,04—0,1 г SO_3 , помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой. Пипеткой отбирают аликвоту — 10 мл — раствора, добавляют 30 мл ацетона и титруют стандартным раствором хлорида бария с одним из указанных индикаторов.

Рассчитывают содержание SO_3 в анализируемом растворе.

2.6. Окислительно-восстановительное титрование

Практическая работа № 5. Определение окисляемости воды по методу Кубеля

Под окисляемостью воды понимают способность веществ, содержащихся в воде, реагировать с окислителями. Количество кислорода, требуемого на окисление органических веществ и восстановителей (Fe^{2+} , NO_2^- , H_2S и др.), дает величину ХПК — химического потребления кислорода.

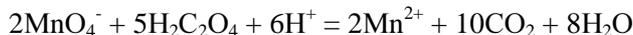
ХПК — это масса кислорода (мг), необходимая для окисления веществ, содержащихся в 1 л исследуемой воды (мг О/л).

Методика определения ХПК зависит от концентрации хлорид-ионов в воде. Если содержание хлорид-ионов Cl^- меньше 10 мг/л, ХПК определяют в кислой среде (метод Кубеля). При значительном содержании хлорид-ионов Cl^- используют метод Шульца (окисление в щелочной среде).

Восстановление KMnO_4 в кислой среде протекает по уравнению



Избыток введенного стандартного раствора KMnO_4 титруют раствором щавелевой кислоты:



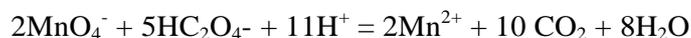
Воду, предназначенную для определения ХПК, предварительно фильтруют через бумажный фильтр, промытый горячей дистиллированной водой.

Реактивы. Перманганат калия KMnO_4 , 0,01М (1/5 KMnO_4) раствор (стандартизация раствора см. ниже). Щавелевая кислота

$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$, 0,01M ($1/2 \text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$) раствор. Серная кислота H_2SO_4 , 4M раствор.

Посуда. Колба коническая (250—300 мл). Цилиндр мерный (100 мл). Пипетки (10 и 100 мл). Бюретка (25 мл). Воронка. Бусинки стеклянные.

Приготовление и стандартизация раствора перманганата калия. Раствор перманганата калия готовят по навеске кристаллического KMnO_4 . Стандартизация раствора KMnO_4 основана на титровании точной навески оксалата натрия раствором перманганата калия:



Рассчитывают массу навески KMnO_4 , необходимую для приготовления 500 мл 0,1 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствора.

Навеску препарата взвешивают на технических весах. Отмеривают мерным цилиндром 500 мл дистиллированной воды для растворения навески. Часть отмеренной воды нагревают почти до кипения и небольшими порциями обрабатывают навеску KMnO_4 в стакане. Осторожно сливают жидкость с кристаллов через воронку в мерную колбу. Ополаскивают стакан холодной водой и по окончании растворения соли и охлаждения доводят полученный раствор до метки оставшейся частью воды и тщательно перемешивают.

Раствор оставляют стоять 7-10 дней в темноте и затем фильтруют через стеклянный фильтр или сифоном сливают жидкость над осадком MnO_2 .

В качестве стандартного вещества используют чаще всего оксалат натрия $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$.

Рассчитывают массу навески оксалата натрия, на титрование которой будет израсходовано 20 мл 0,1 М ($1/5 \text{KMnO}_4$) раствора перманганата калия. На аналитических весах берут три навески оксалата натрия методом отсыпания; расхождение между вычисленной и взвешенной массой не должно превышать $\pm 0,02$ г. Каждую навеску растворяют в конической колбе в 20-25 мл воды, прибавляют 15-20 мл 20%-го раствора серной кислоты и нагревают на водяной бане до 60-70°C. Устанавливают уровень перманганата калия в бюретке на ноль на верхней границе раствора.

Нагретый раствор оксалата натрия титруют перманганатом калия до бледно-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Первые капли перманганата калия реагируют очень медленно, по-

этому титрование надо вести осторожно, прибавляя перманганат по каплям по мере обесцвечивания раствора.

Концентрацию раствора перманганата калия рассчитывают по формуле

$$c\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right) = \frac{m(Na_2C_2O_4) \cdot 1000}{M\left(\frac{1}{2} Na_2C_2O_4\right) V(KMnO_4)},$$

где $M\left(\frac{1}{2} Na_2C_2O_4\right)$ – молярная масса эквивалента оксалата натрия.

Выполнение работы. В коническую колбу вместимостью 250—300 мл отмеривают пипеткой 100 мл исследуемой воды, прибавляют 10 мл раствора серной кислоты и из бюретки — 15 мл стандартного раствора перманганата калия. Должна появиться интенсивная розовая окраска. Колбу закрывают маленькой воронкой, бросают несколько стеклянных бусинок, нагревают до кипения и кипятят в течение 10 мин, наблюдая за окраской: если окраска жидкости во время кипячения сильно ослабевает, то прибавляют еще несколько миллилитров раствора перманганата калия и снова кипятят. Необходимо добиться такого положения, чтобы при кипячении сохранялась розовая окраска раствора. Фиксируют суммарный объем прибавленного перманганата калия (V_1).

Затем раствор снимают с плитки и к горячей жидкости осторожно прибавляют пипеткой 10 мл стандартного раствора щавелевой кислоты; перемешивают до тех пор, пока раствор не обесцветится. Избыток прибавленной щавелевой кислоты в горячем растворе оттитровывают тем же раствором $KMnO_4$ (V_2).

Расчет ХПК проводят по формуле

$$ХПК = \frac{c\left[\left(\frac{1}{5} KMnO_4\right)(V_1 + V_2) - c\left(\frac{1}{2} H_2C_2O_4\right)V(H_2C_2O_4)\right] \cdot 1000}{V_{H_2O}} M\left(\frac{1}{2} O\right)$$

где $M\left(\frac{1}{2} O\right)$ – молярная масса эквивалента кислорода; V_{H_2O} – объем анализируемой воды.

Практическая работа № 6. Определение содержания растворенного кислорода в воде иодометрическим методом (по Винклеру)

Концентрация кислорода определяет величину окислительно-восстановительного потенциала и в значительной мере направление и

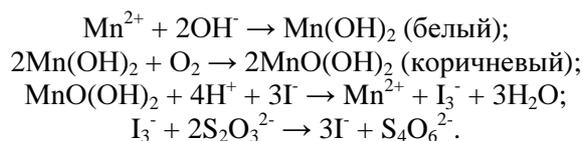
скорость процессов химического и биохимического окисления органических и неорганических соединений.

Кислородный режим оказывает глубокое влияние на жизнь водоема. Минимальное содержание растворенного кислорода, обеспечивающее нормальное развитие рыб, составляет около 5 мг O₂/л. Понижение его до 2 мг/л вызывает массовую гибель рыб. Неблагоприятно сказывается на их состоянии и пересыщение воды кислородом. ПДК растворенного кислорода для водных объектов рыбохозяйственного назначения составляет в зимний период 4 мг/дм³, в летний – 6 мг/дм³.

Определение кислорода в поверхностных водах включено в программы наблюдений с целью оценки условий обитания гидробионтов, в том числе рыб, косвенной характеристики качества воды, интенсивности процессов продуцирования и деструкции органических веществ, самоочищения водоемов и т.д.

Кислород является неустойчивым компонентом, определение которого вследствие зависимости его содержания от температуры воды должно производиться на месте отбора проб. Метод предназначен для анализа неокрашенных или слабоокрашенных вод с содержанием кислорода выше 0,05 мг O₂/л.

Метод основан на взаимодействии в щелочной среде гидроокиси марганца с растворенным в воде кислородом. Гидроокись марганца, количественно связывая растворенный в воде кислород, переходит в нерастворимое соединение четырехвалентного марганца коричневого цвета. При подкислении раствора в присутствии избытка йодистого калия образуется иод, количество которого эквивалентно содержанию растворенного кислорода и учитывается титрованием раствора тиосульфата:



Реактивы.

- раствор хлористого или сернокислого марганца. 42,5 г MnCl₂·4 H₂O или 48 г MnSO₄·4 H₂O растворить в 100 мл дистиллированной воды.
- щелочной раствор йодистого калия. 75 г KOH или 50 г NaOH и 15 г KI растворить в 100 мл дистиллированной воды.

Щелочи не должны содержать примеси нитратов, выделяющих йод из йодистого калия при подкислении.

- 0,02 н раствор тиосульфата натрия. Готовят разбавлением 0,2 н раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$;
- кислота соляная концентрированная или кислота серная (1:1);
- 0,5%-ный раствор крахмала. 0,5 г растворимого крахмала размешать в небольшом количестве холодной воды, влить приготовленный раствор в 100 мл кипящей воды, кипятить в течение 1-2 мин, охладить.

Ход работы.

1. Водой из водоема наполняют кислородные склянки, при этом сливную трубку или сифон опускают до дна склянки. Воду переливают через горлышко склянки, чтобы через воду не проскакивали пузырьки воздуха. Склянки для анализа берут одного объема – 65 или 150 мл.
2. После заполнения склянки водой в нее сразу же вносят 0,5 мл раствора сернокислого марганца и 0,5 мл раствора йодистого калия из расчета на 100 мл воды. Склянку закрывают притертой пробкой так, чтобы не осталось пузырьков воздуха, и содержимое склянки тщательно взбалтывают. Дают осадку осесть примерно в течение 30 мин.
3. Затем добавляют 0,5 мл кислоты, закрывают склянку пробкой и тщательно взбалтывают так, чтобы осадок полностью растворился. Из склянки отбирают 50 мл жидкости, вносят в коническую колбу и титруют тиосульфатом до бледно-желтого цвета, после чего вносят несколько капель крахмала и титруют до обесцвечивания.
4. Массовую концентрацию растворенного в воде кислорода находят по формуле:

$$C_x = \frac{M \cdot C_m \cdot V_m \cdot V \cdot 1000}{V_2 \cdot (V - V_1)},$$

где C_x - массовая концентрация растворенного кислорода в анализируемой пробе воды, мг/дм³; C_m - молярная концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм³ КВЭ; V_m - объем раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см³; V - объем кислородной склянки, см³ (или 100 см³); V_1 - суммарный объем растворов хлорида марганца и йодида калия, добавленных в склянку при фиксации растворенного кислорода, см³; M - масса миллимоля КВЭ кислорода, равная 8 мг/ммоль; V_2 - объем аликвоты пробы, титруемой тиосульфатом, см³.

За результат X принимают среднее из двух параллельных измерений массовой концентрации растворенного кислорода, если расхождение между ними не превышает предела повторяемости r ($2,77 \sigma_r$).

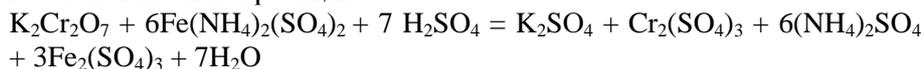
Практическая работа № 7. Определение бихроматной окисляемости (ХПК) природных вод

Химическое потребление кислорода (ХПК) – это количество окислителя в пересчете на кислород, необходимого для окисления органических загрязнений, содержащихся в пробе.

ХПК характеризует общее количество содержащихся в воде органических и неорганических восстановителей, реагирующих с сильными окислителями. Основные методы определения ХПК – бихроматный и перманганатный. Наиболее полное окисление органических загрязнений достигается окислением пробы бихроматом калия с добавкой катализатора сульфата серебра при кипячении в 50%-ной серной кислоте. ХПК, определяемую с помощью перманганата калия, обычно называют перманганатной окисляемостью (см. Практическая работа № 5). Именно перманганатная окисляемость является единственным показателем ХПК, регламентирующим качество питьевой воды. Норматив составляет 5 мгО/л.

Бихромат калия $K_2Cr_2O_7$, окисляя находящиеся в воде органические примеси, сам восстанавливается до солей Cr (III).

Концентрация бихромата калия в воде определяется при помощи соли Мора $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$. При этом протекает окислительно-восстановительная реакция:



Зная концентрацию бихромата калия до и после окисления, можно рассчитать, какое количество $K_2Cr_2O_7$ (в пересчете на кислород) израсходовано на окисление примесей воды.

Реактивы.

1. H_2SO_4 , плотность 1,84 г/мл, ЧДА.
2. $AgSO_4$ (к.).
3. $HgSO_4$ (к.).
4. 0,25 н раствор $K_2Cr_2O_7$: 12,258 г бихромата растворяют в 1 л дистиллированной воды.

5. 0,25 н раствор соли Мора ($\text{Fe}(\text{NH}_4)_2(\text{SO}_4)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$): 98 г соли растворяют в 20 мл серной кислоты и доводят дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе. Титр устанавливают по раствору бихромата калия: 25 мл бихромата доводят до 250 мл дистиллированной водой, добавляют 20 мл серной кислоты и 5-10 капель раствора N-фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора.

6. Раствор N-фенилантраниловой кислоты: 0,25 г кислоты растворяют в 12 мл 0,1 н NaOH и доводят дистиллированной водой до 100 мл.

Ход определения.

Отбирают пипеткой 10 мл исследуемой воды в коническую колбу емкостью 200 мл, приливают пипеткой 5 мл 0,25 н раствора $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$, прибавляют 1 г сульфата ртути (для связывания ионов Cl^-) и 0,4 г сульфата серебра (катализатор). Затем приливают 30 мл концентрированной серной кислоты. Вставляют в колбу обратный холодильник, содержимое колбы нагревают до слабого кипения и кипятят 2 часа.

После кипячения колбу охлаждают, добавляют 10 капель N-фенилантраниловой кислоты и титруют раствором соли Мора до перехода окраски индикатора из красно-фиолетовой в синевато-зеленую.

Аналогичным образом проводят холостой опыт с 10 мл дистиллированной воды.

ХПК анализируемой пробы рассчитывают по следующей формуле:

$$\text{ХПК} = \frac{8,0 \cdot (V_{\text{MX}} - V_{\text{M}}) \cdot C_{\text{M}} \cdot 1000}{V},$$

где V_{MX} – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование в холостом опыте, мл;

V_{M} – объем раствора соли Мора, израсходованный на титрование пробы воды, мл;

C_{M} – концентрация раствора соли Мора, моль/л эквивалента;

V – объем пробы воды, взятый для определения, мл;

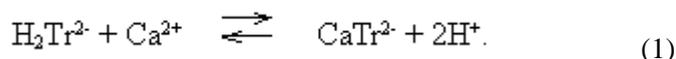
8,0 – масса миллиграмм-эквивалента кислорода, мг.

2.7. Комплексометрическое титрование

Комплексометрия – метод титриметрического анализа, основанный на реакциях комплексообразования. В качестве титранта в комплексометрии применяются органические реактивы-*комплексоны*, представляющие собой производные аминополикарбоновых кислот.

Обозначим кислотный остаток $[(\text{CH}_2\text{COO})_2\text{N}(\text{CH}_2)_2\text{N}(\text{CH}_2\text{COO})_2]^{4-}$ символом Tr, тогда формула соли примет вид: $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Tr}$.

Для определения общей жесткости воды методом комплексонометрии анализируемую воду титруют раствором трилона Б с точно известной концентрацией. При этом протекает реакция (ионно-молекулярное уравнение реакции):



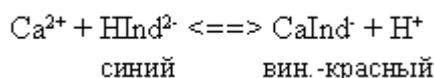
Титрование проводят до достижения точки эквивалентности, тогда $c(1/z\text{TrB}) \cdot V(\text{TrB}) = c(1/z\text{Ca}^{2+}, \text{Mg}^{2+}) \cdot V(\text{H}_2\text{O})$.

По результатам титрования вычисляют общую жесткость анализируемой воды:

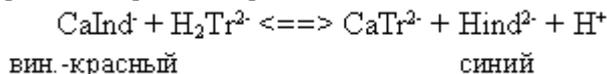
$$Ж(\text{общ}), \text{ммоль} / \text{л} = \frac{c(1/z\text{TrB}) \cdot V(\text{TrB})}{V(\text{H}_2\text{O})} \cdot 10^3 \quad (2)$$

Реакция титрования проводится при pH 9, которое создается добавлением в анализируемый раствор аммиачной буферной смеси. ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$). Буферными называются растворы, способные сохранять pH практически постоянным при добавлении сильной кислоты или сильного основания, а также при разбавлении раствора. Таким свойством, в частности, обладает раствор, содержащий слабое основание и его соль с сильной кислотой, например ($\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$).

Для фиксирования точки эквивалентности используется специальный металлоиндикатор-эриохром черный Т, который образует с ионами металлов комплексные соединения. Анион индикатора HInd^{2-} имеет в растворе (pH 9) синий цвет, а соединения его с ионами металлов окрашены в винно-красный цвет:



При титровании протекает реакция:



Таким образом, по достижении точки эквивалентности винно-красная окраска исследуемого раствора (исследуемой воды) переходит в синий цвет аниона индикатора.

Реактивы. Этилендиаминтетраацетат натрия двузамещенный (трилон Б), 0,01 М раствор. Аммиачный буферный раствор. Эриохром черный Т (к).

Посуда. Колба мерная (100 мл). Пипетка (20 мл). Бюретка (25 мл). Колба коническая (250-300 мл). Цилиндр мерный (100 мл).

Ход работы. В две конические колбы отберите мерной колбой по 100,0 мл анализируемой воды и в каждую пробу прибавьте по 5 мл аммиачной буферной смеси. В приготовленные растворы внесите по $\frac{1}{2}$ микрошпателя индикатора эриохрома черного и оттитруйте каждый раствор трилоном Б до перехода окраски от винно-красной в синюю.

По результатам титрования вычислите общую жесткость анализируемой воды по формуле (2).

3. ГРАВИМЕТРИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ

3.1. Основные термины и расчетные формулы

Гравиметрический анализ основан на определении массы вещества с помощью взвешивания. Определяемый компонент выделяют обычно отгонкой или осаждением.

В *методах осаждения* полученный осадок фильтруют, промывают, высушивают (прокаливают) и взвешивают. По массе полученного соединения вычисляют содержание определяемого компонента.

Соединение, в виде которого определяемый компонент осаждают (*форма осаждения*), должно удовлетворять ряду требований:

- 1) растворимость осадка должна быть настолько малой, чтобы осаждение было количественным (потеря вещества за счет неполноты осаждения не должна превышать 10^{-6} моль/л, т.е. находиться за пределами чувствительности аналитических весов);
- 2) полученный осадок должен быть чистым и легкофильтруемым (крупнокристаллическим, если осадок кристаллический) и хорошо скоагулированным, если он аморфный.

Промытые осадки (кристаллические и аморфные) переводят в гравиметрическую форму, в виде которой производят взвешивание.

Гравиметрическую форму получают из формы осаждения либо высушиванием осадка до постоянной массы а фильтре с пористым дном, либо прокаливанием осадка до постоянной массы в фарфоровом тигле (или тигле из другого материала, если это оговорено в прописи).

К гравиметрической форме предъявляют следующие требования:

- 1) она должна иметь состав, точно отвечающий химической формуле;
- 2) должна получаться при невысокой температуре (800-900°C) и быть устойчивой в широком диапазоне температур;
- 3) практически не должна реагировать с компонентами атмосферы;
- 4) содержание определяемого элемента в гравиметрической форме должно быть малым.

Цель гравиметрического анализа – точное (до постоянной массы) взвешивание гравиметрической формы, а затем расчет результата.

Если, например, при определении магния получили гравиметрическую форму $Mg_2P_2O_7$ массой $m(Mg_2P_2O_7)$, то результат анализа может быть рассчитан из пропорции

$$m(Mg) = m(Mg_2P_2O_7) \frac{2M(Mg)}{M(Mg_2P_2O_7)}$$

где $M(Mg)$ и $M(Mg_2P_2O_7)$ – молярные массы Mg и $Mg_2P_2O_7$ соответственно.

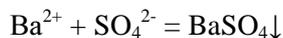
Отношения молекулярных масс $F = 2M(Mg) / M(Mg_2P_2O_7)$ называют *фактором пересчета* или *гравиметрическим фактором*. Числовые значения F приводятся в справочниках по аналитической химии.

Электрогравиметрический анализ основан на осаждении определяемого компонента путем электролиза на взвешенном электроде. О количестве выделяемого металла судят по увеличению массы рабочего электрода. Его широко применяют для анализа сплавов, металлов и растворов электролитных ванн.

3.2. Применение методов гравиметрического анализа для исследования природных сред

Практическая работа № 9. Определение сульфат-ионов

Определение сульфат-ионов основано на осаждении SO_4^{2-} ионов раствором $BaCl_2$:



Сульфат бария является формой осаждения и гравиметрической формой.

Реактивы. Хлорид бария BaCl_2 , 10%-й раствор. Хлороводородная кислота HCl (конц.) ($\rho=1,17 \text{ г/см}^3$). Хлорид аммония NH_4Cl , 10%-й раствор. Нитрат серебра AgNO_3 , 1%-й раствор.

Посуда. Колба мерная (100 мл). Пипетка (20 мл). Цилиндр (25 мл). Стаканы (100, 300-400 мл). Стеклянная палочка с резиновым наконечником. Воронка. Фильтр-синяя лента.

Выполнение работы. Анализируемый раствор, содержащий не более 0,5 г SO_4^{2-} ионов, помещают в мерную колбу вместимостью 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Для анализа отбирают аликвоту раствора объемом 20 мл и переносят в стакан вместимостью 300-400 мл. Перед отбором пробы пипетку следует промыть исследуемым раствором.

Раствор в стакане разбавляют водой до 150-200 мл, подкисляют концентрированным раствором HCl (10-15 капель) и прибавляют 10-15 мл 10%-го раствора NH_4Cl . В другом стакане вместимостью 100 мл готовят раствор осадителя (7-8 мл 10%-го раствора BaCl_2 разбавляют 20 мл воды). Анализируемый раствор и раствор осадителя нагревают почти до кипения на асбестовой сетке над газовой горелкой или на электроплитке с терморегулятором. Снимают стакан и медленно проводят осаждение, приливая по стеклянной палочке отдельными каплями раствор осадителя при постоянном перемешивании раствора; 1-2 мл раствора осадителя необходимо сохранить для проверки полноты осаждения. Растворы оставляют стоять, пока жидкость над осадком не станет прозрачной. Затем проверяют *полноту осаждения*; нижний конец стеклянной палочки приставляют к стенке стакана немного выше уровня жидкости и приливают несколько капель оставшегося осадителя, следя за тем, не будет ли помутнения в прозрачном слое жидкости над осадком. Если помутнения не наблюдается, то осаждение закончено. В противном случае дополнительно по каплям вводят осадитель, продолжая нагревание и все время перемешивая раствор. Затем снова проверяют полноту осаждения.

Осадку дают отстояться не менее 2 ч при комнатной температуре. После этого фильтруют через фильтр с синей лентой.

Осадок промывают на фильтре несколько раз дистиллированной водой, сосредоточив его в конусе фильтра, и затем делают пробу на полноту отмывания от Cl^- (капля фильтрата не должна показывать помутнения с раствором $\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$ или с AgNO_3 , подкисленным HNO_3).

Воронку закрывают чистой бумагой (столбик воды из носика нужно удалить) и ставят в сушильный шкаф на 15-20 мин.

Высушенный фильтр с осадком осторожно вынимают из воронки, загибая края фильтра так, чтобы осадок оказался со всех сторон окруженным бумагой, и помещают в предварительно прокаленный до постоянной массы тигель.

Фильтр озоляют при возможно более низкой температуре, не допуская воспламенения. Поворачивая тигель в фарфоровом треугольнике, достигают полного удаления углерода со стенок тигля, после чего усиливают пламя и, когда масса осадка станет белой (или сероватой), тигель с осадком охлаждают в эксикаторе в течение 30-40 минут и взвешивают на аналитических весах. Прокаливание тигля с осадком повторяют до постоянной массы (допустимо расхождение при последовательных взвешиваниях не более чем на 0,0002 г). Наряду с газовой горелкой для прокаливания тигля с осадком можно использовать муфельную печь.

Массу SO_3 (г) в анализируемом растворе рассчитывают по формуле:

$$m(\text{SO}_3) = m(\text{BaSO}_4)F \frac{V_K}{V_n},$$

где $m(\text{BaSO}_4)$ – масса осадка; $F = M(\text{SO}_3)/M(\text{BaSO}_4)$; V_K , V_n – объемы колбы и пипетки соответственно.

Практическая работа № 10. Определение влажности почвы

Сущность метода заключается в определении потери влаги при высушивании почвы.

Оборудование

Весы аналитические
Гири аналитические
Шкаф сушильный с регулятором температуры от 80 до 105°C с погрешностью регулирования до 2°C
Стаканчики весовые алюминиевые с крышками ВС-1
Щипцы тигельные
Эксикатор исполнения 2 по ГОСТ 25336 со вставкой исполнения 1 по ГОСТ 9147
Шпатель
Часовое стекло
Вазелин технический

Кальций хлористый технический

Подготовка к анализу. Чистые пронумерованные стаканчики сушат в шкафу при температуре $(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ в течение 1 часа, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

Пробу почвы, поступившую на анализ, тщательно перемешивают. Методом квартования из нее отбирают две аналитические пробы массой 15-50 г (чем ниже влажность, тем больше масса пробы).

Проведение анализа. Аналитические почвенные пробы помещают в пронумерованные, высушенные и взвешенные стаканчики и закрывают их крышками. Стаканчики и почву в них взвешивают с погрешностью не более 0,1 г.

Стаканчики открывают и вместе с крышками помещают в нагретый сушильный шкаф. Почву высушивают до постоянной массы при температуре:

$(105 \pm 2)^\circ\text{C}$ – все почвы, за исключением загипсованных;

$(80 \pm 2)^\circ\text{C}$ – загипсованные почвы.

Время высушивания до первого взвешивания:

незагипсованных почв: песчаных – 3 ч, других – 5 ч;

загипсованных почв – 8 ч.

Время последующего высушивания:

песчаных почв – 1 ч;

других почв, в том числе загипсованных, – 2 ч.

После каждого высушивания стаканчики закрывают крышками, охлаждают в эксикаторе с хлористым кальцием и взвешивают с погрешностью не более 0,1 г. Если взвешивание производят не позднее 30 мин после высушивания, можно охлаждать закрытые стаканчики на открытом воздухе без эксикатора. Высушивания и взвешивания прекращают, если разность между повторными взвешиваниями не превышает 0,2 г. Почвы с высоким содержанием органического вещества могут при повторном взвешивании иметь большую массу, чем при предыдущих, из-за окисления органического вещества при высушивании. В таких случаях для расчетов надо брать наименьшую массу.

Обработка результатов

Массовое отношение влаги в почве (W) в процентах вычисляют по формуле:

$$W = \frac{m_1 - m_0}{m_0 - m} \cdot 100$$

где m_1 – масса влажной почвы со стаканчиком и крышкой, г;
 m_0 – масса высушенной почвы со стаканчиком и крышкой, г;
 m – масса пустого стаканчика с крышкой, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение результатов двух параллельных определений. Вычисления проводят до второго знака с последующим округлением результата до первого десятичного знака.

Практическая работа № 11. Определение влагоемкости почвы

Для определения влагоемкости почвы используют металлические цилиндры (высота 15 см, диаметр – 4-5 см), имеющие сетчатое дно, или стеклянные трубки того же размера, один конец которых обвязывают тонкой металлической сеткой или полотном. На дно цилиндра плотно укладывают кружок фильтровальной бумаги, который затем смачивают водой. Смачивают водой и полотняную обвязку. Подготовленный цилиндр взвешивают с точностью до 0,01 г и затем на $\frac{3}{4}$ заполняют почвой; почву вносят несколькими порциями и уплотняют осторожным постукиванием о стенки цилиндра. После наполнения цилиндры снова взвешивают и затем ставят в сосуд с водой, уровень которой доводят до уровня почвы в цилиндрах. Через сутки, когда почва в цилиндрах будет доверху смочена водой, цилиндры вынимают из сосуда, оставляют на столе на несколько минут, затем обтирают фильтровальной бумагой и взвешивают (с). Полная влагоемкость почвы (в % на абсолютно сухую навеску) вычисляется по формуле:

$$\frac{\text{вес воды в навеске при полном насыщении водой}}{\text{вес абсолютно сухой почвы в навеске}} \cdot 100\%$$

Практическая работа № 12. Определение взвешенных в воде веществ

Взвешенные твердые вещества, присутствующие в природных водах, состоят из частиц глины, песка, ила, суспендированных органических и неорганических веществ, планктона и различных микроорганизмов. Концентрация взвешенных частиц связана с сезонными факторами и режимом стока, зависит от пород, слагающих русло, а также от антропогенных факторов, таких как сельское хозяйство, горные разработки и т.п.

Взвешенные частицы влияют на прозрачность воды и на проникновение в нее света, на температуру, состав растворенных компонентов поверхностных вод, адсорбцию токсичных веществ, а также на состав и распределение отложений и на скорость осадкообразования. Вода, в которой много взвешенных частиц, не подходит для рекреационного использования по эстетическим соображениям.

В соответствии с требованиями к составу и свойствам воды водных объектов у пунктов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения содержание взвешенных веществ в результате спуска сточных вод не должно увеличиваться соответственно более, чем на 0,25 мг/дм³ и 0,75 мг/дм³. Для водоемов, содержащих в межень более 30 мг/дм³ природных минеральных веществ, допускается увеличение концентрации взвешенных веществ в пределах 5%.

Определение количества взвешенных частиц важно проводить при контроле процессов биологической и физико-химической обработки сточных вод и при оценке состояния природных водоемов.

Оборудование.

1. Прибор Олихова для фильтрования.
2. Мембранные фильтры №7–6. Фильтры для работы подготавливаются кипячением в дистиллированной воде в течение 5–10 минут (два - три раза сливая воду) и высушиванием в сушильном шкафу в течение 1 часа при 60⁰С.

Ход определения.

Подготовленный фильтр, взвешенный на аналитических весах и помеченный карандашом, помещают в прибор для фильтрования. Через фильтр пропускают 100–500 мл воды. Если фильтрат недостаточно прозрачен, процедуру повторяют еще раз. По окончании фильтрования фильтр подсушивают на воздухе, а затем в сушильном шкафу при 60⁰С в течение 1 часа, после чего взвешивают.

Рассчитывают содержание взвешенных веществ по формуле:

$$X, \text{ г/л} = \frac{[(a - b) \times 100]}{V},$$

где а — масса фильтра с осадком, мг;

б — масса фильтра без осадка, мг;

V — объем профильтрованной воды, мл.

Практическая работа № 13. Определение сухого остатка в пробе воды

Сухой остаток — масса остатка, получаемого выпариванием профильтрованной пробы сточной или природной воды и высушиванием при 103–105⁰С или 178–182⁰С.

Общий или плотный остаток характеризует содержание в воде в основном примесей неорганического происхождения и представляет собой остаток от высушивания известного объема нефильтрованной воды, который затем высушивают при 110⁰С до постоянной массы.

Сухой или растворимый остаток характеризует содержание минеральных солей и нелетучих органических соединений. Его получают при выпаривании известного объема определяемой воды, предварительно профильтрованной через бумажный фильтр.

Прокаленный остаток характеризует содержание в воде неорганических примесей. Он определяется путем выпаривания известного объема воды, прокаливания полученного остатка при 800⁰С и его взвешивания. Различают прокаленный растворенный остаток и прокаленный общий остаток. В первом случае пробу воды перед выпариванием фильтруют через бумажный фильтр, а во втором – нет.

Ход определения

В прокаленную, охлажденную и взвешенную фарфоровую или кварцевую чашку помещают 50–250 мл анализируемой воды, предварительно профильтрованной. Воду выпаривают на водяной бане досуха. Затем переносят чашку с остатком в сушильный шкаф и высушивают при 103–105⁰С или 178–182⁰С до постоянной массы.

Массу сухого остатка рассчитывают по формуле:

$$X, \text{ г/л} = \frac{[(a - b) \times 1000]}{V},$$

где *a* — масса чашки с сухим остатком, мг;

b — масса пустой чашки, мг;

V — объем анализируемой воды, мл.

ЛИТЕРАТУРА

1. Алекин О.А. Основы гидрохимии. - Л., 1970.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия. Лабораторный практикум: учебное пособие для вузов / В.П. Васильев, Р.П. Морозов, Л.А. Кочергина; под ред. В.П. Васильева. – 3-е изд., стереотип. – М.: Дрофа, 2006. – 414 с.
3. Водная экология: Лабораторный практикум. – Вологда: ВоГТУ, 1999. – 94 с.
4. ГОСТ 4151-72 «Вода питьевая. Метод определения общей жесткости».
5. ГОСТ 28268-89. Почвы. Методы определения влажности, максимальной гигроскопической влажности и влажности устойчивого завядания растений. – М.: Стандартиформ, 2006. – 6 с.
6. ГОСТ 2761 – 84. Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора.
7. Калюкова Е.Н. Осадительное и комплексонометрическое титрование: Лабораторные работы по химии / Сост. С.С. Гаврилова. – Якутск: Изд-во ЯГУ, 2004.
8. Методические указания к лабораторной работе по аналитической химии. - Ульяновск: УлГТУ, 2003. - 28 с.
9. Определение жесткости воды: Методические представления: Методические указания к лабораторной работе / Сост. А.Р. Дадаева. – Великий Новгород. – НовГУ, 2006.
10. ПНД Ф 14.1:2.100-97. Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений химического потребления кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом. – М., 1997.
11. Содержание растворенного кислорода в воде: Методические указания / Составитель Кузьмина И.А. - НовГУ, Великий Новгород, 2007. – 12 с.
12. Чибисова Н.В. Практикум по экологической химии: Учебное пособие / Калинингр. ун-т. – Калининград, 1999. - 94 с.