

Лабораторная работа

Соединения азота. Фосфаты. Хлориды. Сульфаты

Цель работы

Овладение навыками определения содержания соединений азота, фосфатов, хлоридов и сульфатов.

Теоретические положения

Соединения азота Общее содержание азота в природных водах - это сумма минерального и органического азота. Средняя концентрация общего азота в природных водах колеблется в значительных пределах и зависит от трофности водного объекта: для олиготрофных водоемов изменяется в пределах 0,3- 0,7, для мезотрофных –0,7-1,3; для эвтрофных 0,8-2,0 мг/дм³ .

Минеральный азот в природных водах содержится в форме аммиака, солей аммония, нитритов и нитратов. Соотношение данных форм позволяет судить о протекающих в водоемах процессах самоочищения, о характере и времени загрязнения воды. Повышение концентрации ионов аммония и нитритов обычно указывает на протекание процессов аммонификации и начале нитрификации, т.е. на недавнее органическое загрязнение, в то время как высокое содержания нитратов обычно характерно для старого загрязнения.

При относительно высоком содержании аммонийных ионов или аммиака, превышающем 10 мг/дм³ , рекомендуется титриметрический метод определения с предварительной отгонкой аммиака в раствор борной кислоты. Фотометрический метод с реактивом Несслера тоже возможен только с предварительной отгонкой аммиака. Фотоколориметрический фенольногипохлоритный метод возможен без предварительной отгонки. Для санитарного контроля за качеством воды обязательно указывают форму выражения результатов (N–NH₄⁺ или NH₄⁺). Для выражения результатов в форме аммонийного азота N–NH₄⁺ ,мг /дм³ полученную величину NH₄⁺ , мг/дм³ умножают на коэффициент 0,77.

Фотометрический метод определения аммиака с реактивом Несслера

Сущность метода. В щелочном растворе аммиак реагирует с тетраиодомеркуратом (II) калия, образуя различные желто-коричневые соединения, выпадающие в осадок или (при малых концентрациях) переходящие в коллоидные растворы. В условиях фотометрического определения реакция в основном проходит по уравнению



Содержание азота, ртути и иодида в осадке выражается отношением 1:2:3, однако возможно присутствие в осадке и других соединений ($\text{OHg}_2\text{NH}_2\text{I}$ и др.). Некоторая неопределенность состава образующегося соединения требует точного соблюдения условий проведения определения как при анализе пробы, так и при построении калибровочного графика.

Предел обнаружения $0,05 \text{ мг/дм}^3 \text{ NH}_4^+$. Диапазон измеряемых количеств аммонийных ионов в пробе $0,005 - 0,15 \text{ мг}$

На основании опыта сделайте выводы о сравнительной растворимости сульфатов кальция и бария.

Фосфаты

Под общим фосфором понимают сумму минерального и органического фосфора. Основным фактором, определяющим концентрацию фосфора в воде, так же, как и в случае азота, является обмен между его минеральными и органическими формами, с одной стороны, и живыми организмами – с другой. Соединения минерального фосфора поступают в природные воды в результате выветривания и растворения пород, содержащих ортофосфаты (апатиты и фосфориты), с поверхности водосбора в виде минеральных удобрений с поверхностным стоком с полей, со стоками с ферм ($0,01 - 0,05 \text{ кг/сутки}$ на одно животное), с недоочищенными или неочищенными бытовыми сточными водами ($0,003 - 0,006 \text{ кг/сутки}$ на одного жителя), с некоторыми производственными отходами, а также образуются при биологическом разложении остатков животных и растительных организмов. Фосфор – важнейший биогенный элемент, чаще всего лимитирующий продуктивность водоемов. Поэтому поступление избытка соединений фосфора, особенно в непроточные и малопроточные водоемы, приводит к эвтрофикации.

Поэтому определение содержания общего фосфора (растворенного и взвешенного в виде органических и минеральных соединений) включено в программы обязательных наблюдений за составом природных вод. Фосфор является важнейшим показателем трофического статуса природных водоемов.

Основной формой неорганического фосфора при значениях pH водоема больше 6,5 является ион HPO_4^{2-} (около 90 %). В кислых водах неорганический фосфор присутствует преимущественно в виде H_2PO_4^- .

Концентрация общего растворенного фосфора в незагрязненных природных водах изменяется от 5 до 200 мкг/дм^3 . Концентрация фосфатов в природных водах очень мала - сотые, редко десятые доли миллиграммов

фосфора в 1 дм³, в загрязненных водах она может достигать нескольких миллиграммов в 1 дм³. Содержание соединений фосфора подвержено значительным сезонным колебаниям. Минимальные концентрации фосфора в поверхностных водах наблюдаются обычно весной и летом, максимальные – осенью и зимой.

Хлориды

Хлориды являются составной частью большинства природных вод. Хлориды – преобладающие анионы в высокоминерализованных водах, большое содержание хлоридов геологического происхождения в поверхностных водах – явление редкое. Первичными источниками хлоридов в воде являются магматические породы, соленосные отложения, в основном галит. Хлориды поступают в воду в результате обмена с океаном через атмосферу, посредством взаимодействия атмосферных осадков с почвами, особенно засоленными, а также при вулканических выбросах. Поэтому обнаружение большого количества хлоридов является показателем загрязнения воды бытовыми и некоторыми промышленными сточными водами.

Повышенное содержание хлоридов ухудшают вкусовые качества воды, делают ее малопригодной для питьевого водоснабжения и ограничивают применение в ряде технических и хозяйственных целей, а также для орошения сельскохозяйственных угодий. Если в питьевой воде есть ионы натрия, то при концентрации хлоридов более 250 мг/дм³ у воды появляется соленый вкус. Данные о том, что высокие концентрации хлоридов оказывают вредное воздействие на здоровье человека, отсутствуют.

Анализ хлоридов в питьевых, поверхностных и сточных водах проводится аргентометрическим титрованием по методу Мора или потенциометрическим методом.

Сульфаты

Естественное содержание сульфатов в поверхностных и грунтовых водах обусловлено выветриванием и растворением серосодержащих минералов, в основном гипса, окислением сульфидов и серы, биохимическими процессами в водоносных слоях. В северных водоемах сульфатов обычно немного; в южных районах, где воды более минерализованы, содержание сульфатов увеличивается. Содержание сульфатов в водоемах может быть повышенным вследствие сброса в них серосодержащих сточных вод. В больших количествах сульфаты содержатся в шахтных водах и в промышленных стоках производств, в которых используется серная кислота.

Концентрация сульфатов в природной воде изменяется в широких пределах. В речных водах и в водах пресных озер содержание сульфатов

колеблется от 5 –10 до 60 мг/дм³, в дождевых водах– от 1 до 10 мг/дм³, в подземных водах содержание сульфатов часто значительно выше.

Повышенное содержание сульфатов ухудшают органолептические свойства воды и оказывают слабительное действие на организм человека.

Оборудование и реактивы

1. Бромфеноловый синий, метиловый красный, серная кислота, 0,02 н. раствор, бюретки, конические колбы, безаммиачная вода Реактив Несслера, хлорид аммония, раствор с содержанием ионов аммония 0,05 мг/см³ (свежеприготовленный), мерные колбы на 50 см³, мерные пробирки, пипетка на 5 см.

2. Фотоэлектроколориметр Колбы мерные объемом 50, 100, 500, 1000см³ Фильтры беззольные «синяя лента» Воронки лабораторные стеклянные Бюретки объемом 25 см³ Стаканы объемом 100 или 200 см³ Пипетки мерные 1 см³, 5 см³.

3. Нитрат серебра, раствор 0,01 моль-экв/дм³, хлорид натрия, раствор 0,01 моль-экв/дм³, хромат калия, 5 % раствор, бюретки, конические колбы для титрования

4. Фотоколориметр, хлорид бария, насыщенный раствор, серная кислота, раствор с концентрацией сульфат – аниона 0,2 мг/см³, желатин 0,5 % раствор, мерные колбы на 100 см³, мерная колба или пипетка Мора на 50 см³, бюретка на 25 см³, пипетки на 2 и 5 см³

Методика и порядок выполнения работы

Опыт №1. Фотометрический метод определения аммиака с реактивом Несслера

Построение градуировочного графика. В мерные колбы на 50 см³ вносят 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см³ рабочего стандартного раствора хлорида аммония и доводят каждый раствор до метки безаммиачной водой. Концентрации NH₄⁺ в полученных растворах равны соответственно 0,1; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг/дм³. Добавляют 20-30 см³ безаммиачной воды, 1 мл реактива Несслера, доводят объем водой до метки, перемешивают. Дают постоять 10 мин для развития окраски и измеряют оптическую плотность в кювете с толщиной слоя 2 см при $\lambda = 425$ нм (фиолетовый светофильтр).

Раствор-фон готовят в колбе на 50 см³, используя безаммиачную воду и то же количество реактива Несслера. Калибровочный график строят в координатах оптическая плотность – концентрация ионов NH₄⁺, мг/дм³.

Из мерной колбы, содержащей отогнанный из пробы аммиак в растворе борной кислоты, отбирают аликвотную часть. Оптимальное содержание для

колориметрирования около 0,15 мг NH₄⁺ в определяемом объеме. Например, берут аликвоту 10 см³. Разбавляют отобранную порцию безаммиачной водой, приливают 1 см³ реактива Несслера и доводят объем до 50 см³, дают постоять не меньше 10 мин. Оптическую плотность полученного окрашенного раствора измеряют, как описано выше.

Расчет. Содержание аммонийных ионов (X) в мг/дм³ находят по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50 \cdot V_{отгон}}{V_{пробы} \cdot V_{аликвоты}},$$

где C – концентрация ионов аммония, найденная по графику, мг/дм³;

50 – объем раствора, приготовленного для фотоколориметрирования, см³;

V_{пробы} – объем пробы воды, взятой для анализа или для отгона, см³;

V_{отгон} – объем, до которого был разбавлен отгон, см³;

V_{аликвоты} – объем аликвоты отгона, взятой для анализа, см³.

Опыт № 2. Определение содержания фосфатов в пробе

В мерную колбу на 100 см³ наливают 50 см³ пробы, отфильтрованной через плотный бумажный фильтр (синяя лента), прибавляют 5,0 см³ смешанного реактива и через 30 секунд – 0,5 см³ раствора аскорбиновой кислоты. Смесь перемешивают (до метки дистиллированную воду не добавляют!). Через 15 мин измеряют оптическую плотность полученного раствора по отношению к нулевому раствору при длине волны 690 нм, кювета 5 см. Если содержание фосфат – ионов велико, то пробу воды уменьшают, добавляют к ней определенный объем дистиллированной воды так, чтобы суммарный объем жидкости составил 50 см³, и далее проводят анализ, как описано выше.

Расчет. Содержание фосфат-ионов X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V_{пробы}},$$

где C – концентрация фосфат-ионов, найденная по графику, мг/дм³;

50 – объем, до которого была разбавлена проба, см³;

V_{пробы} – объем воды, взятый для анализа, см³.

Опыт № 3. Аргентометрическое определение хлоридов по методу Мора

При содержании хлоридов менее 250 мг/дм³ берут 100 см³ фильтрованной испытуемой воды. При большем содержании хлоридов берут

10 – 50 см³ исследуемой воды и разбавляют до 100 см³ дистиллированной водой. В две конические колбы для титрования вносят по 100 см³ анализируемой воды, прибавляют по 5 капель раствора K₂CrO₄. Раствор в одной колбе титруют 0,01 Н AgNO₃ до изменения окраски раствора по сравнению с окраской во второй колбе (цветной свидетель).

Опыт № 4. Турбидиметрическое определение сульфатов

Стандартизация титранта. Для стандартизации титранта в коническую колбу вносят 10 см³ 0,01 Н раствора NaСд и 90 см³ дистиллированной воды, прибавляют 5 капель K₂CrO₄. Содержимое колбы титруют 0,01 Н раствором AgNO₃ до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-красную, не исчезающую в течение 15 – 20 сек.

Поправочный коэффициент к титру AgNO₃ рассчитывают по результатам трех титрований

$$K = \frac{30}{V_1 + V_2 + V_3},$$

где V₁, V₂, V₃ – объемы AgNO₃, пошедшие на каждое из трех титрований, см³.

Расчет. Содержание хлорид-иона X (мг/дм³) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{V_{титр.} \times H \times K \times \mathcal{E}_{Cl} \times 1000}{V_{пробы}},$$

где V_{титр.} – количество раствора AgNO₃, пошедшее на титрование, см³;

H – концентрация титранта – нитрата серебра, моль-экв/дм³;

K – поправочный коэффициент к концентрации титранта;

Э_{Cl} – эквивалент хлорид-иона, г/моль-экв;

V_{пробы} – объем воды, взятой для анализа, см³;

1000 – коэффициент для перехода от граммов к миллиграммам.

Указания по оформлению отчета

Отчет о работе должен включать:

- а) название выполняемой работы, цель;
- б) перечисление оборудования и реактивов;
- в) краткие сведения по теме «Соединения азота. Фосфаты. Хлориды. Сульфаты»;
- г) порядок выполнения работы;

д) уравнения химических реакций и объяснение полученных результатов;

е) выводы.