

ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА № 3

Титрометрический метод анализа показателей качества воды: окисляемость, общая жесткость, общая щелочность

Цель работы

Установление оптимальных значений рН при коагуляции сернокислым алюминием примесей исследуемой воды.

Оборудование и реактивы, необходимые для проведения анализа

Оборудование: магнитные мешалки «ПЭ-6100» с якорями, рН-метр/иономер «АНИОН-4101», стаканы термостойкие объемом 750 мл, цилиндры объемом 100 мл, конические колбы объемом 250 мл, пипетки емкостью 5 мл, воронки, термометры цифровые модели Checktemp1, титровальная установка, сушильный шкаф.

Реактивы: 0,1 н раствор комплексона III, аммиачный буферный раствор, 0,1 н раствор HCl, 0,1 н раствор NaOH, 20 %-ный раствор H₂SO₄, 0,01 н раствор KMnO₄, 0,01 н раствор H₂C₂O₄, индикаторы: эриохромчерный Т, фенолфталеин, метиловый оранжевый; 1 %-ный раствор Al₂(SO₄)₃, хромовая смесь, дистиллированная вода.

Методика проведения работы

Из теоретической части подробно ознакомиться с сущностью процесса коагуляции.

При проведении опытов по коагуляции в четыре одинаковые конические колбы или стакана набирают по 500 мл обрабатываемой воды и нагревают до 40 °С. Для корректировки рН в первый стакан добавляют при перемешивании 5 мл 0,1 н раствора HCl, во второй – 5 мл 0,1 н раствора NaOH, в третий стакан ни кислоты, ни щелочи не добавляют.

Затем в каждый стакан вводят пипеткой по 5 мл 1 %-ного раствора Al₂(SO₄)₃.

После прибавления коагулянта содержимое стаканов интенсивно перемешивают около 5 мин, осуществляя процесс в строго одинаковых условиях и затем оставляют в покое в течение 30 мин.

За это время проводят анализ исходной воды, определяя ее окисляемость, общую жесткость и общую щелочность по методикам, представленным в Приложении.

По истечении указанного времени все порции воды фильтруют через отдельные бумажные фильтры, стараясь осторожно сливать отстоявшуюся жидкость. В фильтрах проводят определение окисляемости, общей щелочности, общей жесткости и рН. Так как в большинстве случаев карбонатная жесткость поверхностных вод равна общей щелочности, находят некарбонатную жесткость как разность между общей жесткостью и карбонатной.

Обработка результатов опытов и составление отчета

Отчет по работе должен включать:

- а) краткое описание сущности технологического процесса коагуляции органических примесей;
- б) краткое описание условий, в которых проводилось коагулирование;
- в) рабочие записи выполняемых анализов воды, в которых указываются принятая методика определения, характеристика анализируемой воды (исходная, после коагулирования); объем растворов, затраченных на титрование; расчетные формулы с конкретным цифровым материалом;

Результаты опытов оформляют в виде табл. 4, отражающей изменение свойств воды при коагулировании в различных условиях.

Также необходимо определить степень снижения A аналитически определяемых показателей по формуле (63).

Таблица 4

Исследуемая вода	Окисляемость		рН	Щелочность общая, мг-экв/дм ³	Жесткость, мг-экв/дм ³	
	мг/л	A , %			Общая	Некарбо- натная
Исходная После коагулирования: 1) с добавкой 5 мл 0,1 н раствора HCl; 2) с добавкой 5 мл 0,1 н раствора NaOH; 3) без добавок кислоты и щелочи						

Контрольные вопросы

1. Классифицируйте примеси природных вод по степени дисперсности.
2. Что подразумевается под устойчивостью коллоидных систем?
3. Рассмотрите строение двойного электрического слоя.
4. В чем заключается процесс коагуляции воды?
5. Какие примеси природных вод могут быть удалены при коагулировании?
6. Соли каких металлов можно использовать в процессах очистки воды методом коагуляции?
7. Каков механизм процесса коагуляции?
8. При каком значении ζ -потенциала коагуляция протекает с наибольшей интенсивностью?
9. Перечислите основные факторы, влияющие на процесс коагуляции.
10. По какому показателю судят об эффекте коагуляции?
11. Расскажите о косвенном методе определения органических веществ, находящихся в исследуемой воде в коллоидном состоянии.
12. Раскройте методику определения окисляемости воды.

МЕТОДИКИ АНАЛИТИЧЕСКОГО КОНТРОЛЯ**Определение общей жесткости комплексонометрическим методом**

В коническую колбу для титрования емкостью 250 мл отбирают 100 мл исследуемой воды, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора (для создания определенного значения $pH = 9-10$) и 7–8 капель раствора индикатора – эриохром черного Т (комплексонометрический индикатор). При этом раствор окрашивается в розовый цвет. Затем раствор медленно титруют 0,1 н раствором комплексона III (все время интенсивно перемешивая) до изменения розовой окраски раствора в зеленовато-голубую. Индикатор, окрашивающий в присутствии ионов кальция и магния раствор в розовый цвет, при их полном исчезновении из раствора (связывание в комплекс) меняет свой цвет на зеленовато-голубой. Таким образом, изменение окраски раствора свидетельствует о конце реакции.

Замечают по делениям бюретки объем раствора комплексона III, затраченного на титрование. Отсчеты по бюретке проводят с точностью до 0,02 мл.

Общую жесткость вычисляют по формуле:

$$Ж_{\text{общ}} = \frac{V_T \cdot C_T \cdot 1000}{V_x}, \text{ мг-экв/дм}^3,$$

где V_T – объем раствора комплексона III, затраченный на титрование, мл; C_T – нормальная концентрация раствора комплексона III, мг-экв/дм³; V_x – объем анализируемой пробы воды, мл.

Определение общей щелочности воды

В коническую колбу емкостью 250 мл отбирают 100 мл исследуемой воды и добавляют 2–3 капли индикатора фенолфталеина. В случае появления розового окрашивания пробу титруют 0,1 н раствором соляной кислоты до обесцвечивания. Записывают расход кислоты при титровании с фенолфталеином, обозначая его через Φ . Затем в ту же самую пробу добавляют 2–3 капли метилового оранжевого и продолжают титровать до момента перехода желтой окраски в оранжевую. Суммарный расход кислоты

при титровании с фенолфталеином и метиловым оранжевым V_T также записывают.

Общую щелочность воды подсчитывают по формуле:

$$\text{Щ}_{\text{общ}} = \frac{V_T \cdot C \cdot 1000}{V_x}, \text{ мг-экв/дм}^3,$$

где V_T – общий расход кислоты при титровании с фенолфталеином и с метиловым оранжевым, мл; C – нормальная концентрация раствора кислоты, мг-экв/дм³; V_x – объем анализируемой пробы воды, мл.

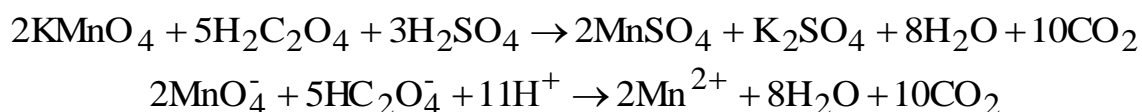
Подсчет отдельных форм щелочности ведут в соответствии с полученными при титровании данными. При этом возможны следующие случаи:

- 1) фенолфталеин не дает розового окрашивания, т.е. $\Phi = 0$. В этом случае в воде присутствуют только бикарбонаты (бикарбонатная щелочность);
 $\text{Щ}_{\text{бикарб}} = V_T$, мг-экв/дм³;
- 2) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем $2\Phi < V_T$. В этом случае в воде присутствуют как бикарбонаты, так и карбонаты; при этом
 $\text{Щ}_{\text{бикарб}} = (V_T - 2\Phi)$, мг-экв/дм³, $\text{Щ}_{\text{карб}} = 2\Phi$, мг-экв/дм³;
- 3) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем $2\Phi = V_T$. В этом случае в воде присутствуют только карбонаты; $\text{Щ}_{\text{карб}} = 2\Phi$, мг-экв/дм³;
- 4) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем $2\Phi > V_T$. В этом случае в воде присутствуют карбонаты и гидраты; $\text{Щ}_{\text{карб}} = 2 \cdot (V_T - \Phi)$, мг-экв/дм³; $\text{Щ}_{\text{гидр}} = (2\Phi - V_T)$, мг-экв/дм³;
- 5) фенолфталеин дает розовое окрашивание, причем $\Phi = V_T$ (т.е. после обесцвечивания фенолфталеина прибавление метилового оранжевого сразу вызывает оранжевую окраску раствора). В этом случае в воде присутствуют только гидраты $\text{Щ}_{\text{гидр}} = V_T$, мг-экв/дм³.

Определение перманганатной окисляемости воды

В коническую колбу емкостью 250 мл отмеривают пипеткой 50 мл исследуемой воды, прибавляют 50 мл дистиллированной воды, приливают 5 мл 20 %-ной серной кислоты и прибавляют из бюретки точно 20 мл 0,01 н раствора перманганата калия KMnO_4 . Колбу закрывают воронкой. Раствор нагревают на электрической плитке до кипения и продолжают кипятить в течение 10 мин (время замечают по песочным часам). При этом происходит окисление содержащихся в воде органических примесей за счет восстановления перманганата калия (окрашенный ион MnO_4^- переходит в бесцветный ион Mn^{2+}).

Для определения окисляемости необходимо определить избыток перманганата в растворе, который не был израсходован на окисление органических примесей. Для этого к горячему раствору из другой бюретки прибавляют точно 20 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты. При этом должно произойти полное обесцвечивание раствора (щавелевая кислота является сильным восстановителем). Реакция протекает по уравнению:



К совершенно бесцветной жидкости при перемешивании прибавляют из бюретки небольшими порциями (под конец по каплям) 0,01 н раствор KMnO_4 до слабо-розового окрашивания. Последнее свидетельствует об окончании титрования, т.е. о наличии незначительного избытка перманганата.

1 мл 0,01 н раствора перманганата содержит 0,316 мг KMnO_4 (или эквивалентен 0,08 мг O_2). При расходе n мл перманганата и объеме исследуемой воды V мл величина окисляемости составляет:

$$\text{Окисляемость} = \frac{n \cdot 0,316 \cdot 1000}{V}, \text{ мг/л KMnO}_4.$$

В случае выражения окисляемости в кислородных единицах O_2 множитель 0,316 в приведенной формуле заменяют на 0,08; размерность окисляемости в этом случае мг/л O_2 .

Пример расчета

К 100 мл воды прибавлено 20 мл 0,1 н раствора $KMnO_4$; на титрование израсходовано еще 8,32 мл раствора, общий расход 0,01 н $KMnO_4 = 20 + 8,32 = 28,32$ мл.

На реакцию с 20 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты израсходовано 20 мл 0,01 н $KMnO_4$. Следовательно, на окисление органических веществ израсходовано $28,32 - 20 \text{ мл} = 8,32 \text{ мл } 0,01 \text{ н } KMnO_4$.

$$\text{Окисляемость} = \frac{8,32 \cdot 0,316 \cdot 1000}{100} = 26,3 \text{ мг/л KMnO}_4.$$