

Определение содержания органических веществ в поверхностных водах по Кубелю

Цель работы

Выполнение лабораторной работы позволяет получить практические навыки проведения титрования и определить содержание органических веществ в поверхностных водах по методу Кубеля.

Введение

Происхождение и содержание органических веществ, находящихся в природных водах, весьма разнообразны. Различны и их химические свойства по отношению к кислороду: одни вещества устойчивы к окислению, другие, наоборот легко окисляются. Прямое определение органических веществ в природных водах является сложной и трудоемкой задачей. Поэтому пользуются более простыми косвенными методами. Один из них — это метод перманганатной окисляемости, дающий представление о содержании в воде легко окисляющихся органических веществ.

Под **окисляемостью** воды понимают количество кислорода искусственно введенного окислителя (например, KMnO_4 или $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$), идущее на окисление содержащихся в воде органических веществ. Различают перманганатную (KMnO_4) и бихроматную окисляемость ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$). Результаты определения окисляемости одной и той же воды, но с применением различных окислителей, обычно различаются вследствие неодинаковой степени окисления этими окислителями различных веществ, присутствующих в анализируемой воде.

Интервалы значений окисляемости воды в различных поверхностных источниках следующие:

- глубокие подземные воды — до 1-2 мг $\text{O}_2/\text{л}$;

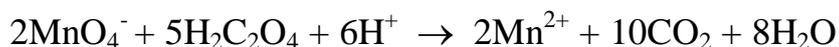
- грунтовые воды — до 2-4 мг O₂/л;
- открытые водоемы (реки) — до 5-6 мг O₂/л;
- водохранилища — до 6-8 мг O₂/л;

Повышенная окисляемость указывает на загрязнение воды. Окисляемость сточных и загрязненных вод равна или превышает 100 мг O₂/л.

Для питьевых и поверхностных вод, окисляемость которых не превышает 100 мг O₂/л, применяется перманганатный метод Кубеля. Определение основано на том, что KMnO₄, будучи в кислой среде сильным окислителем, реагирует присутствующими в воде восстановителями (органические вещества, соли железа (II), нитраты). Ион MnO₄⁻ принимает при этом 5 электронов и переходит в двухвалентный катион Mn²⁺ по уравнению:



Избыток KMnO₄ реагирует с вводимой в раствор щавелевой кислотой:



Не вступившая в реакцию щавелевая кислота оттитровывается KMnO₄ по приведенному уравнению.

В процессе окисления могут быть окислены также некоторые неорганические вещества (хлориды, сероводород, сульфиды и нитриты), мешающее влияние которых необходимо устранить. Если содержание хлоридов превышает 300 мг/л, то пробу необходимо разбавить дистиллированной водой. Железо (II), сероводород, сульфиды и нитриты определяют отдельно, а результат, пересчитанный на окисляемость (мг O₂/л), вычитают из найденной величины окисляемости пробы.

Правила отбора проб воды из поверхностных источников

При выборе места отбора пробы воды учитываются все обстоятельства, которые могут оказать влияние на состав взятой пробы.

Различают две основные пробы: разовую и среднюю. Разовую пробу получают путем отбора требуемого объема воды за один раз. Средняя проба

получается смешением равных объемов проб, отобранных через равные промежутки времени. Средняя проба тем точнее, чем меньше интервалы между отдельно взятыми составляющими ее пробами.

Воду на анализ отбирают в чистую посуду, предварительно 2-3 раза сполоснув ее исследуемой водой. С открытых водоемов пробы отбирают в фарватере реки с глубины 50 см. Бутыль с грузом опускают на глубину, после чего пробку открывают с помощью прикрепленного к ней держателя. Лучше для этой цели использовать специальные приборы — батометры, которые позволяют применять посуду разной формы и емкости. Батометр состоит из зажима, плотно обхватывающего посуду и приспособления для открывания пробки на нужной глубине.

При длительном стоянии пробы могут произойти существенные изменения в составе воды, поэтому, если нельзя начать анализ воды сразу после отбора или через 12 часов после пробы, ее консервируют для стабилизации химического состава добавлением 2 мл раствора серной кислоты (1:2) на каждые 100 мл воды.

Правила техники безопасности при работе с химическими реактивами и электронагревательными приборами

1. Насыпать или наливать реактивы можно только над столом или специальным подносом. Для эксперимента брать только указанное количество вещества.
2. Нельзя ошибочно взятый излишек реактива ссыпать (выливать) обратно в склянку или банку.
3. Твердые и сыпучие реактивы разрешается брать из склянок только с помощью совочков, ложечек или шпателей, но не руками.
4. Для ускорения растворения твердого реактива в колбе нельзя закрывать ее отверстие пальцем при встряхивании.
5. Пролитую кислоту или щелочь следует засыпать чистым сухим песком и перемешать его до полного впитывания всей жидкости. Влажный

песок убрать совком в специальный сосуд, а место разлива обработать нейтрализующим раствором и затем промыть водой.

6. При попадании на кожу растворов кислот, щелочей или окислителей необходимо смыть их после стряхивания видимых капель сильной струей холодной воды, а затем обработать нейтрализующим раствором (2% раствором уксусной кислоты или гидрокарбоната натрия) и ополоснуть водой.

7. Запрещается выливать в канализацию использованные растворы. Необходимо сливать их в склянки, специально предназначенные для этой цели.

8. Перед включением электроплитки в сеть, проверить не повреждена ли изоляция электрического провода. Не допускать загрязнения спирали накаливания. После окончания работы обязательно отключить плитку от сети.

Рабочее задание

В ходе выполнения данной лабораторной работы каждый студент должен выполнить следующее:

1. ознакомиться с инструкцией по проведению данной лабораторной работы и методическими указаниями к проведению работы;
2. провести эксперимент по определению содержания органических веществ в поверхностных водах по Кубелю;
3. составить отчет о проделанной лабораторной работе с полученными результатами;
4. сделать вывод на основании результатов эксперимента.

Оборудование и реактивы

1. Мерные цилиндры вместимостью 100 мл.
2. Колбы конические вместимостью 250 мл.
3. Бюретки.

4. Пипетки вместимостью 5 мл, 10 мл.
5. Часовые стекла.
6. 0,01 н. раствор KMnO_4 .
7. Раствор $\text{H}_2\text{SO}_4(1:2)$.
8. 0,01 н. раствор $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$.
9. электроплитка.

Материал: вода поверхностного источника.

Указания по выполнению лабораторной работы

В коническую колбу вносят 100 мл исследуемой пробы, приливают 5 мл раствора серной кислоты (1:2) и 20 мл 0,01 н. раствора KMnO_4 . Смесь доводят до кипения и кипятят точно 10 минут, накрыв колбу часовым стеклом. К горячему раствору прибавляют 20 мл 0,01 н. раствора щавелевой кислоты. Обесцвеченную горячую смесь титруют 0,01 н. раствором KMnO_4 до появления устойчивой розовой окраски.

Если раствор при кипячении обесцветится или побуреет, то определение повторяют с разбавленной пробой. Определение повторяют с разбавленной пробой и тогда, когда раствора KMnO_4 расходуется более 12 мл (более 60% добавленного количества). Если пробу разбавляли, то проводят холостой опыт с водой для разбавления. Для холостой пробы отмеривают 100 мл воды, используемой для разбавления, и обрабатывают ее также как и анализируемую пробу.

Указания по обработке результатов

Окисляемость по Кубелю (x) в мг $\text{O}_2/\text{л}$ вычисляют по формуле:

$$x = \frac{(v_1 - v_2) \cdot k \cdot 80}{v} \quad (\text{мг } \text{O}_2/\text{л}), \text{ где}$$

v_1 — объем раствора KMnO_4 , израсходованный на титрование пробы, мл;

v_2 — объем раствора $KMnO_4$, израсходованный на титрование холостой пробы, мл ($v_2=0$, если проба не разбавлялась и холостой опыт не проводился);

v — объем пробы, мл;

k — поправочный коэффициент:

$$k = \frac{c_{\text{экв.}}(KMnO_4)}{0,01}$$

Контрольные вопросы

1. Что понимают под окисляемостью воды, в каких единицах ее выражают?
2. Какие существуют виды окисляемости воды?
3. Что такое разовая и средняя пробы?
4. Перечислите правила отбора проб из поверхностных источников.
5. На чем основан метод Кубеля?
6. Как устраняют мешающее влияние неорганических веществ при определении содержания органических веществ?
7. Назовите правила техники безопасности при работе с химическими реактивами.