

Практическая работа № 8,9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ pH ВОДЫ И ВОДНОЙ ВЫТЯЖКИ ПОЧВЫ ЭЛЕКТРОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы

Выполнение лабораторной работы позволяет получить проведения замеров активности ионов водорода (pH) воды и водной вытяжки почвы с помощью прибора pH-метра милливольтметра.

Предварительное задание

Для подготовки к выполнению лабораторной работы каждый студент должен изучить методику проведения исследования на pH-метре милливольтметре, ознакомиться с техникой безопасности при работе с данным прибором.

Рабочее задание

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

- 1) ознакомиться с инструкцией по проведению данной лабораторной работы;
- 2) провести эксперимент по измерению pH воды, водной вытяжки почвы;
- 3) составить отчет по проделанной лабораторной работе с полученными результатами;
- 4) сопоставить полученные результаты с ПДК на эти растворы;
- 5) сделать вывод на основании результатов эксперимента.

Общие сведения

В связи с неблагоприятным влиянием кислотных дождей на экосистемы одной из существенных задач почвенно-химического мониторинга в ряде регионов земного шара является наблюдение за кислотно-основным состоянием почв, которое может быть охарактеризовано широким набором разнообразных экстенсивных и интенсивных показателей. В число таких показателей входят: актуальная, обменная и необменная формы кислотности, известковый потенциал, формы соединений алюминия в почвенном растворе, показатели кислотно-основной буферности почв и способности почв нейтрализовать кислоты и ряд других показателей. Между отдельными показателями могут наблюдаться линейные или более сложные корреляционные зависимости.

Выбор системы параметров, которая наилучшим образом отвечала бы задачам мониторинга кислотно-основных характеристик почвы, представляет собой сложную задачу, и в различных национальных и международных программах решается по-разному. Так, в руководстве, разработанном специалистами Скандинавских стран, обязательная программа мониторинга кислотно-основных свойств почв включает определение следующих показателей: pH в водной и солевой суспензиях, обменная кислотность, обменные основания (Na, K, Ca, Mg). Эти показатели должны определяться ежегодно в верхнем горизонте и один раз в пять лет - в нижележащих. Обязательная программа предусматривает также ежемесячный отбор почвенных растворов и определение в них: S сульфатов, N нитратов и NH_4^+ , Ca^{2+} , Na^+ , K^+ , Mg^{2+} , Cl, фосфатов, растворенного органического вещества, суммарного содержания Al и наиболее лабильных его форм, Mn, Fe, pH, щелочности и электропроводности. Трудности в выборе показателей мониторинга кислотно-основных свойств почв связаны с рядом причин, в том числе и с природой самих показателей. Например, такой широко распространенный и легко определяемый

показатель, как рН, не всегда отчетливо изменяется при воздействии на почву кислотных выпадений в силу буферных свойств почв.

Еще одна трудность при выборе показателей мониторинга связана со значительным пространственным и сезонным варьированием большинства показателей. В существующих руководствах по почвенно-химическому мониторингу к этому вопросу нет единообразного подхода. Например, в программе, разработанной специалистами Скандинавских стран, в каждый срок наблюдений рекомендуется отбирать с заранее выбранных экспериментальных площадок размером 20×20 или 40×40 м по 2-6 смешанных образцов из каждого исследуемого горизонта, причем каждый образец представляет собой смесь 15-20 индивидуальных проб. Для того, чтобы избежать сезонного варьирования показателей, брать образцы рекомендуется в один и тот же период года: в конце июля - августе.

Для определения величин рН с погрешностью не выше 10% при вероятности $P=0,95$ необходим отбор 4-8 образцов, причем в ряде случаев возможна замена многократного определения значений рН в индивидуальных образцах с последующим усреднением одним определением в смешанном образце. Для определения содержания обменных катионов с погрешностью не выше 10% при $P=0,95$ необходимое число повторностей составляет 15-40. Вопрос о возможности замены многократного определения обменных катионов с последующим усреднением одним определением в смешанном образце требует проведения специальных исследований.

Отрицательные экологические последствия закисления пресноводных экосистем обусловлены воздействием на гидробионтов водородных ионов (H^+) и токсичных металлов, концентрации которых при закислении возрастают. Активная реакция водной среды (рН) является одним из важнейших экологических факторов гидробионтов. В природных водоемах существуют суточные колебания рН вод, обусловленные, например, фотосинтетическими процессами (подщелачивание) и дыханием растений ночью (потребление O_2 и выделение CO_2), подкисление среды; сезонные колебания. Антропогенное закисление значительно снижает рН природных вод.

Повышение кислотности водной среды вызывает нарушение обменных процессов в водных экосистемах на всех уровнях организации жизни в водоеме: организменном, популяционном, биоценоотическом, экосистемном.

Изменения в структуре водных сообществ (уменьшение видового состава, смена доминантных видов и другие) происходят в результате истощения резервов адаптации чувствительных звеньев водных экосистем к воздействию фактору. Определение допустимых кислотных нагрузок на пресноводные экосистемы обуславливает необходимость экологического нормирования рН для водоемов различных типов в соответствии с их зональным расположением и народохозяйственным использованием.

Значение рН в производственных сточных водах определяют электрометрическим способом, основанным на том, что при изменении рН в жидкости на единицу потенциал стеклянного электрода, опущенного в эту жидкость, изменяется на постоянную для данной температуры величину (например, на 59,1 мВ при температуре 298 К, на 58,1 мВ при 293°К и т.д.).

Развитие функционального подхода к исследованию влияния закисления водной среды позволит разрешить вопрос о пороговых концентрациях H^+ для чувствительных элементов на уровне экологических модуляций и таким образом разрешить проблему ранней диагностики закисления природных вод, прогноза их состояния, установления экологических нормативов рН для водоемов различных типов, рационального выбора методов биомониторинга.

Описание лабораторной установки

Для электрометрических измерений используют приборы рН-метры со стеклянным электродом, которым обычно заменяют водородный электрод. Очень редко для этой цели применяют сурьмяный или хингидронный электрод.

Стеклянные электроды применяют для определения рН растворов, содержащих тяжелые металлы, окислители и восстановители, а также коллоидных растворов и эмульсий. Стеклянный электрод обычно имеет форму пробирки, донная часть которой выполнена в виде тонкостенной стеклянной пластинки или в виде шарика с толщиной стенок не более 0,01 мм. В стеклянный электрод наливают буферный раствор с известным рН и помещают в исследуемый раствор.

Прибор рН-метр проверяют и настраивают всегда по тому буферному раствору, рН которого близок к рН исследуемого раствора. Например, для измерения рН в области от 2 до 6 готовят буферный раствор по Зеренсену с рН=3 или 4 или применяют стандартный буферный раствор с рН=4,62.

рН-метр представляет собой комплект прибора, включающий преобразователь, блок сетевого питания и набор электродов.

Преобразователь (рис.1) выполнен в корпусе 11 из пластмассы и литой алюминиевой панели 1.

На лицевой панели расположены органы управления, настройки, цифровой жидкокристаллический индикатор 2, гнездо 5 для подключения электродов и вилка 10 для подключения термокомпенсатора.

На боковой стенке преобразователя имеется отсек 14 с резисторами для неоперативной настройки.

На задней панели прибора имеются два отсека, один (17) - для установки автономных элементов питания, второй (18) - для присоединения блока сетевого питания.

Электрическая схема рН-метра выполнена на двух печатных платах, закрепленных на внутреннем каркасе.

рН-метр рН-150 комплектуется электродами, которые подразделяются на группу электродов для работы в комплекте с электродержателем и группу электродов, непосредственно подключаемых к преобразователю.

Электроды ЭСЛ-15-11, ЭСЛ-45-11 (рис.2) конструктивно унифицированы между собой и снабжены специальным разъемом для подключения любого из них через электроддержатель к гнезду ВХОД преобразователя.

Приготовление почвенной вытяжки

Цель работы: ознакомление с операциями приготовления почвенных вытяжек, приготовление почвенных вытяжек для их использования в дальнейших работах.

Информация. Химическое исследование почвы обычно проводится путем подготовки к анализу заблаговременно отобранного образца почвы и определения состава почвенных вытяжек - водной и солевой. От правильности приготовления почвенных вытяжек во многом зависят и результаты исследования почвенного образца. В водной вытяжке определяют концентрации водорастворимых солей (хлоридов, сульфатов, карбонатов и гидрокарбонатов, а также солей жесткости), а в солевой - кислотность, или значение рН вытяжки.

Оборудование из комплекта: воронка стеклянная, палочка стеклянная, стакан на 50 мл, фильтр бумажный, цилиндр мерный на 50 мл.

Оборудование из кабинета: весы учебные, стакан на 200 мл, штатив ШХЛ с кольцом, разновесы, кювета, сушильный шкаф.

Реактивы и материалы: раствор хлорида калия (1,0 н.), чистая вода, образец почвы. Приготовление растворов см. в п. 3.3.

Ход работы

1. Высушите отобранный образец почвы в сушильном шкафу или на воздухе, расположив почву в кювете слоем толщиной не более 2 см.

Примечание. Образец почвы необходимо предварительно подготовить; отобрать инородные включения, камни и т.п. Почва для анализа должна быть рассыпчатой.

2. Взвесьте пустой чистый стакан на 200 мл. В стакан поместите высушенную почву на $\frac{1}{3}$ высоты и снова взвесьте его, определив массу почвы (m) в граммах.

3. Добавьте к почве раствор хлорида калия в количестве 2,5хт в мл (5 мл раствора на 2 г почвы), приготовив тем самым солевую вытяжку. Объем раствора хлорида калия отмерьте с помощью цилиндра.

4. Перемешивайте содержимое стакана в течение 3-5 мин. с помощью стеклянной палочки.

5. Отфильтруйте содержимое стакана через бумажный фильтр, собирая готовую вытяжку в нижний стакан на 50 мл, как показано на рисунке. Обратите внимание на ее внешний вид (цвет, мутность). Вытяжка должна быть однородной и не содержать частиц почвы.

Примечание. Первые несколько миллилитров фильтрата необходимо отбросить, т.к. они собирают загрязнения с фильтра.

6. Аналогично приготовьте водную вытяжку, используя вместо раствора хлорида калия чистую воду, в соотношении 5хт (5 мл воды на 1 г почвы).

7. Солевую вытяжку используйте далее для определения кислотности почвы (работа 17), а водную вытяжку - для определения засоленности почвы (работы 18 и 19).

Зафиксируйте результаты экспериментов в тетради.

Указание по выполнению лабораторной работы

Каждый эксперимент из запланированной серии необходимо выполнить в следующем порядке.

В мерные стаканчики набрать по 100 мл воды, предназначенной для анализа. Затем подготовить прибор к работе. С помощью буферного раствора проверить правильность показаний прибора. После проверки прибора сполоснуть электроды в дистиллированной воде и протереть их фильтровальной бумагой.

Опустить электроды в исследуемой раствор и через 5 минут снять с прибора данные по рН. Прделать такие же действия с другими исследуемыми растворами, не забывая промывать электроды.

Затем взять навески почвы (10 г) и залить 100 мл водой. Дать отстояться в течение 2 часов. Пропустить через фильтр полученный раствор. В чистый очищенный раствор опустить электроды и через 5 минут снять с прибора данные по рН.

Указания по обработке результатов

После измерений полученные данные занести в таблицу и сравнить со следующими пределами ПДК:

ПДК_{питьевой воды} = 6,5-7;

ПДК_{сточных вод} = 6,5-8,5;

ПДК_{поверхностных вод} = 6,5-8,5.

Исследуемый раствор	Среда	рН

Требования к оформлению отчета по лабораторной работы

Отчет должен содержать:

название и цель лабораторной работы,

краткое описание лабораторной установки,
протокол измерений и обработку результатов,
анализ полученных результатов,
выводы по лабораторной работе.

Контрольные вопросы

1. Какие показатели включены в обязательную программу мониторинга кислотно-основных свойств почвы?
2. В чем заключена трудность выбора показателей мониторинга кислотно-основных свойств почв?
3. Какие нормируемые значения для параметров воды в водоемах устанавливают правила?
4. Что включает в себя понятие рН?
5. Как на практике находится рН?
6. На чем основано определение рН прибором со стеклянным электродом?
7. На чем основан электрометрический способ определения рН в сточных водах?

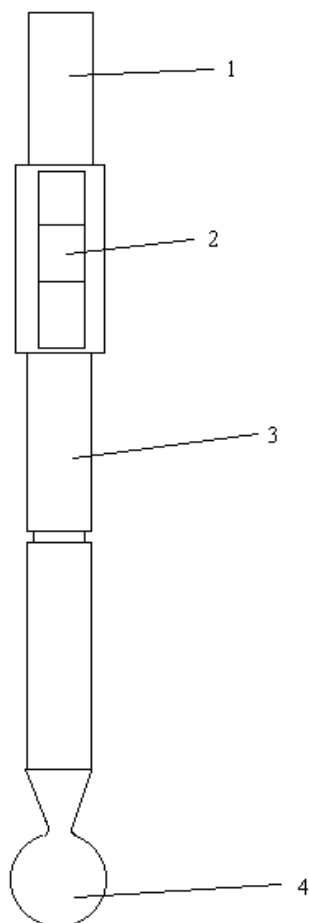


Рис. 2. Электрод стеклянный лабораторный ЭСЛ-15-11 (ЭСЛ-45-11):
1 - контакт; 2 - втулка; 3 - корпус; 4 - шарик.