

Лекція 2. Методи визначення показників якості води і особливості їх застосування

У цьому розділі наведено деякі характеристики використовуваних методів і особливості їх застосування, а також опис основного обладнання та найбільш важливих виконуваних операцій.

2.1. Характеристики методів визначення показників якості води

Більшість польових методів визначення показників якості води є хімічними, тому що дозволяють визначити вміст хімічних компонентів в складі води і засновані на хіміко-аналітичних реакціях. Перед тим як приступити до аналізу води хімічними методами, необхідно ознайомитися з вимогами до виконання аналізів і практично освоїти основні аналітичні операції. Для цього зазвичай в лабораторних умовах проводиться навчання прийомом роботи і правилам техніки безпеки»). При навчанні використовуються розчини реактивів-стандартів, що мають в своєму складі визначається компонент (катіон, аніон, функціональні групи). Хорошим об'єктом для навчання є продається в магазинах мінеральна вода з відомим хімічним складом, який приводиться, як правило, на етикетці пляшки. Для навчання можуть використовуватися також спеціально приготовлені модельні розчини з точно відомим значенням концентрації цільового компонента. Навчання при визначенні окремих компонентів у воді або модельних розчинах проводиться тільки під керівництвом фахівця-аналітика або викладача.

Якщо в ході практичних робіт беруться готові устаткування і матеріали, то використовувані при виконанні аналізу розчини, реактиви, посуд та інші компоненти комплексу повинні бути попередньо оглянуті. При огляді перевіряють:

- цілісність і герметичність упаковки розчинів, реактивів;
- відповідність обраного для використання реактиву (розчину) або посуду вимогам методики аналізу, наявність добре і однозначно читається етикетки, міток на мірному посуді, контрольних шкал;
- відсутність пошкоджень мірного посуду, пробірок, контрольних шкал і ін.

При транспортуванні обладнання для аналізу, склянки з реактивами і розчинами і приналежності слід розташовувати в укладальних ящиках на передбачених для них місцях. Це дозволить забезпечити надійну доставку комплектів для польових аналізів до місця роботи, виключити бій посуду і потрапляння всередину контейнерів пилу та інших забруднень.

Після проведення аналізу мірні склянки і піпетки слід промити чистою водою, склянки з розчинами необхідно герметично закрити і укласти в укладальні контейнери. Труднощі при закриванні контейнерів зазвичай свідчать про недбалість при укладанні.

Характеристики зразків води можуть визначатися безпосередньо в відібраних пробах різними методами: візуальним, органолептичним, візуально-колориметричним, титриметричним, турбидиметричним і розрахунковим. Характеристики ґрунтових витяжок (водних, сольових) визначаються шляхом їх аналізу за допомогою методів,

використовуваних для аналізу відповідних компонентів у воді. Методи визначення різних показників якості води та їх основні характеристики наведені в табл. 1.

2.2. Умови застосування польових методів при аналізі

Польові методи застосовуються в умовах, які не позначаються скільки-небудь помітним чином на швидкості і виході хіміко-аналітичної реакції. Це і зрозуміло, тому що швидкість більшості хімічних реакцій збільшується в 2-4 рази при підвищенні температури на кожні 10 ° С. З іншого боку, концентрація утворюється при хіміко-аналітичній реакції речовини, як правило, пов'язана з концентраціями інших, що беруть участь в реакції або виникають речовин в розчині, перебуваючи в хімічному рівновазі. Характерно, що для реакцій в розчинах (на відміну від реакцій в газовій фазі) практично тільки температура є зовнішнім фактором, що впливає на стан рівноваги. Отже, саме температура є тим впливає чинником зовнішніх умов, який ми повинні враховувати в першу чергу при використанні польових методів.

Таблиця 1

Методи визначення різних показників якості води, реалізовані в портативної (польовий) модифікації, і їх основні характеристики

найменування показника	метод визначення	Діапазон визначуваних концентрацій *	Норматив якості **	Обсяг проби для аналізу, мл
1. Органолептичні показники				
1.1. запах	органолептичний	-	Не більше 2 балів	-
1.2. Смак і присмак	те ж	-	Не більше 2 балів	-
1.3. кольоровість	колориметричний	10-1000 град. кольор.	20 (35)	12
1.4. Каламутність і прозорість	за шрифту	1-40 см	-	300
2. Загальні і сумарні показники				
2.1. Водневий показник (рН)	колориметричний	4,5-11,0 од. рН	6-9 од. рН	5
2.2. лужність	титриметричний	0,1-5,0 ммоль / л екв.	-	25-100
2.3. кисень розчинений	Титриметричний, по Вінклеру Колориметричний, з індигокарміном	0,5-15 МГО / л 0,01-0,10 МГО / л	4 мг / л	100-200 200-250
2.4. Біохімічне споживання кисню (БПК)	Титриметричний по Вінклер	0,5 МГО / л і більше	3-6 мг / л	240
2.5. Хімічне споживання кисню (ГПК), біхроматна окислюваність	Титриметричний (прискорений)	50-4000 МГО / л	15 МГО / л (ХНН) 30 МГО / л (КБН)	1 (5) мл
2.6. Перманганатна окислюваність	Титриметричний по Кубель	0,5-10 МГО / л	5,0 МГО / л (питна вода)	50
2.7. Сухий залишок	розрахунковий	-	1000 мг / л	-

2.8. Сума важких металів (SMe)	Екстракційно-колориметричний	0,0001-0,0010 ммоль / л	0,0001 ммоль / л	25
2.9. Хлор активний (сумарний вміст вільного Cl ₂ , а також HClO, аніонів ClO ⁻ і хлораминов)	колориметричний Титриметричний	10-1000 мг / л 0,05-10 мг / л	У питній воді - 0,3-1,2 мг / л, у воді водойм - відсутність	5 (10) 50-250
2.10. Загальний фосфор	Візуально-колориметричний Фотоколориметричний	0,2-7,0 мг / л 0,01-0,4 мг / л	3,5 мг / л (по PO ₄₃₋)	2020
3. Масова концентрація катіонів				
3.1. Алюміній (Al ³⁺)	колориметричний	0,5-2,0 мг / л	0,5 мг / л	10
3.2. Амоній (NH ₄ ⁺)	колориметричний Титриметричний	0,2-3,0 мг / л 0,2-2,5 мг / л	2,5 мг / л	5 100
3.3. Залізо загальне (сума катіонів Fe ²⁺ + і Fe ³⁺)	колориметричний	0,1-1,5 мг / л	0,3 мг / л	10
3.4. Кальцій (Ca ²⁺)	титриметричний	2-500 мг / л	200 мг / л	10 (5)
3.5. Магній (Mg ²⁺)	розрахунковий	-	100 мг / л	-
3.6. Натрій і калій (сума катіонів Na ⁺ + і K ⁺)	те ж	-	200 мг / л	-
3.7. Загальна жорсткість (сума катіонів Ca ²⁺ + і Mg ²⁺)	Титриметричний (крапельний) титриметричний (об'ємний)	0,5-10 ммоль / л екв. 0,05-10 ммоль / л екв.	7 (10) ммоль / л екв.	2,5-1010-250
4. Масова концентрація аніонів				
4.1. Гідрокарбонат (HCO ₃ ⁻)	титриметричний	10-2500 мг / л	1000 мг / л	10
4.2. Карбонат (CO ₃ ²⁻)	те ж	10-2500 мг / л	100 мг / л	10
4.3. Карбонатна жорсткість (сума аніонів HCO ₃ ⁻ і CO ₃ ²⁻)	розрахунковий	-	20 ммоль / л екв.	-
4.4. Нітрат (NO ₃ ⁻)	колориметричний	5-50 мг / л	45 мг / л	6

4.5. Нітрит (NO ₂ -)	колориметричний	0,02-1,0 мг / л	0,1 мг / л	5
4.6. Сульфат (SO ₄ ²⁻)	турбидиметричним	30-70 мг / л	500 мг / л	30
4.7. Фторид (F ⁻)	колориметричний	0,3-2,0 мг / л	0,7-1,5 мг / л	5
4.8. Хлорид (Cl ⁻)	титриметричний	20-1000 мг / л 1-1200 мг / л	350 мг / л	1025-500
4.9. Ортофосфат (PO ₄ ³⁻)	колориметричний Титриметричний	0,2-7,0 мг / л 1,0-100 мг / л	3,5 мг / л	201-5
4.10. поліфосфати гідролізуючі	колориметричний	0,2-7,0 мг / л	3,5 мг / л (по PO ₄ ³⁻)	20
5. Найважливіші органічні забруднювачі				
5.1. нафтопродукти	Паперово-хроматографічний, з екстракцією	1-20 мг / л	0,3 (0,1) мг / л	250-1000
5.2. ПАР аніоноактивні	Колориметричний, з екстракцією	0,3-5,0 мг / л	0,5 мг / л	10
5.3. феноли	колориметричний	0,001-1,0 мг / л	0,1 (0,001) мг / л	500

** Діапазон вимірюваних концентрацій наведено без урахування можливого розведення проби. ** Нормативи якості наведені за даними СанПіН 2.1.4.559-96, ГН 2.1.5.689-98 (для питної води і води поверхневих джерел господарсько-питного призначення).*

У нормативних документах не обумовлені умови застосування польових методів, однак такими умовами для більшості методів визначення можуть бути прийняті наступні:

температура аналізованої води, ° С	
температура повітря, ° С	
вміст вологості повітря і атмосферний тиск	визначені

Обмеження по температурі води і повітря не поширюються на умови відбору проб. Зазначені обмеження можуть бути легко усунені шляхом підігріву проб перед аналізом (складніше проби охолодити в умовах підвищеної температури). Разом з тим, при виконанні аналізів температура проб повинна контролюватися, тому що вона є фактором, здатним вплинути на результат вимірювання концентрації і порушити правильність вимірювань.

2.3. Особливості застосування методів і виконання операцій

Особливості виконання аналізу органолептичними методами

При аналізі візуальним, органолептичним і турбидиметричним методами (визначення запаху, смаку, кольору, мутності, концентрації сульфат-аніонів) виконує аналіз повинен вміти коректно визначати смак, запах, колір, ступінь каламутності, використовуючи власні смакові відчуття, нюх і зір.

Особливості виконання аналізу колориметричною методами

колориметричним (Від англійського colour - колір) називається метод аналізу, заснований на порівнянні якісного і кількісного зміни потоків видимого світла при їхньому проходженні через досліджуваний розчин і розчин порівняння. Обумовлений компонент за допомогою хіміко-аналітичної реакції перекладається в забарвована сполука, після чого вимірюється інтенсивність забарвлення отриманого розчину. При вимірюванні інтенсивності забарвлення проб за допомогою приладу фотоколориметр метод називається фотоколориметричний. Відповідно, при вимірюванні інтенсивності забарвлення візуальним способом (наприклад, оцінюючи інтенсивність забарвлення порівняно з будь-яким зразком) метод називається візуально-колориметричним.

Основний закон колориметрії - закон Бугера-Ламберта-Бера (з ним можна ознайомитися докладніше в будь-якому довіднику по колориметричним методам аналізу або в елементарному курсі фізики) записується таким чином:

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \times C \times l$$

де: D - оптична щільність розчину; I₀ і I - інтенсивність світлового потоку, що потрапляє на розчин (I₀) та пройшов через розчин (I); ε - коефіцієнт світлопоглинання (величина, постійна для даного пофарбованого речовини), л x г-моль-1 x см-1; C - концентрація

пофарбованого речовини в розчині, г-моль / л; l - товщина поглинаючого світло шару розчину (довжина оптичного шляху), см.

Після обробки та додавання реагентів проби набувають забарвлення. Інтенсивність забарвлення є мірою концентрації аналізованого речовини. При виконанні аналізу візуально-колориметричним методом (рН, залізо загальне, фторид, нітрат, нітрит, амоній, сума металів) визначення проводиться в колориметрических пробірках з міткою «5 мл» або в склянках з міткою «10 мл».

Колориметричні пробірки представляють собою звичайні, широко використовувані в лабораторіях пробірки з безбарвного скла, що мають внутрішній діаметр $(12,8 \pm 0,4)$ мм. Колориметричні пробірки можуть мати кілька міток («5 мл», «10 мл»), що показують обсяг (і, отже, висоту), до якого слід наповнити пробірку пробою, щоб забезпечити зручні та близькі умови для візуального колориметрування. Зазвичай колориметрические пробірки намагаються підібрати однакової форми і діаметра, тому що від яких залежить висота шару забарвленого розчину. Аналогічно підбираються і склянки для колориметрування (зазвичай це аптекарські флакони діаметром до 25 мм).

Найбільш точні результати при аналізі візуально-колориметричним методом досягаються, якщо порівнювати забарвлення проби з забарвленням модельних еталонних розчинів. Їх готують заздалегідь за допомогою реактивів-стандартів по методикам,. Слід мати на увазі, що виникають в процесі колориметрических реакцій забарвлення зазвичай малостійкі, тому при описі приготування розчинів призводять, при необхідності, і терміни їх зберігання.

Для спрощення візуального колориметрування при польових аналізах забарвлення розчину-проби можна порівнювати ні з еталонними розчинами, а з намальованою контрольної шкалою, на якій зразки відтворюють забарвлення (колір і інтенсивність) модельних еталонних розчинів, приготованих з дотриманням заданих значень концентрації цільового компонента. Контрольні шкали, застосовувані при візуальному колориметруванні в складі деяких тест-комплектів, наведені на кольоровій вкладці.

За результат аналізу при візуальному колориметруванні приймають то значення концентрації компонента, яке має найближчий за забарвленням зразок контрольної шкали або модельного еталонного розчину. Результат аналізу представляють у вигляді:

«Близько _____ мг / л» .

значення максимальної концентрації за шкалою»

У випадках, коли забарвлення розчину-проби в колориметричній пробірці виявиться має проміжну інтенсивність між будь-якими зразками на контрольній шкалі, результат аналізу записують у вигляді:

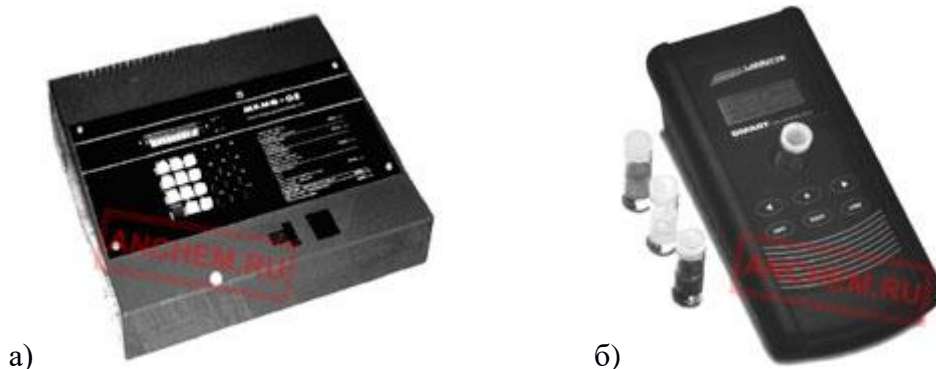
«Від _____ до _____ мг / л».

Якщо забарвлення розчину-проби в колориметрической пробірці виявиться інтенсивніше крайнього зразка на шкалі з максимальною концентрацією, проводять розведення проби. Після повторного колориметрування вводять поправочний коефіцієнт

для врахування ступеня розведення проби. Результат аналізу в цьому випадку записують у вигляді:

«Більш _____ мг / л»

значення максимальної концентрації за шкалою»



Мал. 1. Фотоелектроколориметри:

а) лабораторний, марки МКФМ-02; б) польовий, марки SMART (LaMotte Co., USA).

Пофарбовані проби, отримані при виконанні аналізів, можна колориметрувати також за допомогою Фотоелектроколориметр (рис. 1). При такому способі визначають оптичну щільність розчинів-проб в скляних кюветах з довжиною оптичного шляху 1-2 см з комплекту фотоелектроколориметра (можна використовувати і кювети з більшою довжиною оптичного шляху, проте в цьому випадку слід проводити аналіз зі збільшеним в 2-3 рази об'ємом проби). Приладове колориметрування дозволяє істотно підвищити точність аналізу, однак вимагає більшої ретельності і кваліфікації в роботі, попереднього побудови градуовальної характеристики (бажано не менше 3 побудов). При цьому вимірюють значення оптичної щільності модельних еталонних розчинів . При аналізах польовими методами в експедиційних умовах зручно фотометрувати проби за допомогою польових колориметрів. Зокрема, для таких цілей ЗАТ «Крисмас +» поставляє колориметри різних типів, що мають набір знімних світлофільтрів в широкому діапазоні довжин хвиль видимого світла. Значення основних параметрів в разі приладового колориметрування наведені в тексті опису виконання визначень.