

МИНИСТЕРСТВО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ВОРОНЕЖСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ

Геологический факультет
Кафедра гидрогеологии, инженерной геологии и геоэкологии

**МЕТОДИЧЕСКОЕ РУКОВОДСТВО К РАБОТАМ ПО
КУРСУ "ГИДРОГЕОЭКОЛОГИЯ"**

для студентов 3 курса дневного отделения
специальности 011.400 - гидрогеология,
инженерная геология и геоэкология

Составитель
Смирнова А.Я.

Воронеж-2000

1. Определение органолептических свойств подземных вод

Органолептические свойства нормируются по интенсивности их восприятия человеком. Это запах, привкус, цветность, прозрачность, мутность, температура, примеси (пленка, водные организмы).

Температура

Определяется сразу после отбора пробы или непосредственно в водоеме термометром с ценой деления $0,1^{\circ}\text{C}$. Термометр держат в воде не менее 5 мин.

Прозрачность

Степень прозрачности выражается высотой столба жидкости в см, через который отчетливо виден специальный шрифт. Прозрачностью не менее 30 см должны обладать воды, подаваемые для питьевого водоснабжения без осветления. Речные воды, кроме горных вод, могут иметь прозрачность 2-5 см. Уменьшение прозрачности природных вод свидетельствует об их загрязнении.

Оборудование, реактивы, материалы:

1) цилиндр с плоским дном; 2) шрифт, высота букв которого составляет 2 мм, а толщина линий букв - 0,5 мм; 3) линейка, Материалы: вода водозабора.

Ход работы

Исследуемую воду наливают в цилиндр, подкладывают на расстоянии 4 см от дна шрифт. Сливают воду до тех пор, пока сверху через слой можно будет отчетливо прочесть этот шрифт. Высоту столба оставшейся воды измеряют линейкой. Определение производят при хорошем дневном рассеянном освещении на расстоянии 1 м от светонесущей стены.

Осадок

Взболтанную в бутылке воду наливают в цилиндр слоем примерно 30 см и оставляют в покое 1 ч., если вода отобрана из открытого водоема, или на сутки, если вода взята из подземных источников. Осадок оценивают количественно (нет, незначительный, заметный, большой) и качественно (песчаный, глинистый, илистый, кристаллический, хлопьевидный). Отмечают также цвет осадка. Большой осадок свидетельствует о загрязнении воды.

Цветность

Это природное свойство воды, обусловленное наличием гуминовых веществ, которые придают ей окраску от желтоватого до коричневого цвета. Гуминовые вещества образуются при разрушении органических соединений в почве, вымываются из нее и поступают в открытый водоем и подземные воды. Поэтому цветность свойственна воде открытых водоемов и резко увеличивается в паводковый период. Цветность воды определяется в градусах. Вода, имеющая цветность 20°C , считается бесцветной. Вода, не подвергающаяся перед подачей потребителю обесцвечиванию, должна иметь цветность не выше

20°C.

Оборудование, реактивы, материалы: флюороскоп, вода водозабора.

Ход работы

Цветность можно определять визуально. Для этого в колориметрические цилиндры наливают на 100 мл профильтрованной исследуемой воды и, просматривая окраску растворов сверху вниз, находят цилиндр, окраска жидкости в котором совпадает с окраской воды в цилиндре с исследуемой водой. Цветность можно более точно определять на фотоколориметре. Для этого строят градуированный график по хромово-кобальтовой шкале цветности. Растворы с различной цветностью фотометрируют в кювете на 5 см в синей части спектра относительно профильтрованной воды. При цветности выше 35°С ограничивают водопотребление.

Запах

Запах оценивается в баллах. Водой, не имеющей запаха, считается такая, запах которой не превышает 2 балла.

Оборудование, реактивы, материалы:

1) колба с притертой пробкой; 2) коническая колба на 200 мл; 3) часовое стекло; 4) электрическая плитка, термометр.

Материал: подземная вода.

Ход работы

Колбу с притертой пробкой наполняют до 2/3 объема исследуемой водой, сильно встряхивают, открывают пробку и вдыхают ее запах. Для усиления интенсивности запахов воду подогревают. Коническую колбу на 200 мл наполняют до 1/2 ее объема исследуемой водой, закрывают часовым стеклом и нагревают до 60°C. Затем колбочку вращательным движением взбалтывают и, сдвинув стекло, быстро определяют запах. Интенсивность запаха определяют по 5-балльной шкале: 0-не ощущается; 1-обнаруживается только опытным исследователем; 2-слабый, обнаруживается потребителем только в том случае, если указать на него; 3-заметный, обнаруживается потребителем и вызывает его неодобрение; 4-отчетливый, обнаруживающий на себе внимание и делающий воду непригодной для питья; 5-очень сильный, делающий воду непригодной для питья. Естественные запахи описывают, придерживаясь следующей терминологии.

Чистые природные воды запахов не имеют.

Символ	Характер запаха
А	Ароматный
Б	Болотный
Г	Гнилостный
Д	Древесный

З	Землистый
П	Плесневый
Р	Рыбный
С	Сероводородный
Т	Травянистый
Н	Неопределенный

Вкусы и привкусы

Определяются они в баллах. Без привкусов называется такая вода, привкусы которой не превышают 2 баллов. Определение ведется в заведомо безопасной воде при 20°C. Воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая. Отмечают наличие вкуса (соленый, горький, кислый, сладкий) или привкуса (щелочной, железистый, металлический, вяжущий и т.д.) и их интенсивность в баллах по шкале аналогично определению интенсивности запаха. При интенсивности запахов и привкусов выше 2 баллов ограничивается водопотребление, искусственные запахи и привкусы могут быть показателями загрязнения воды загрязненными сточными водами, естественные запахи и привкусы интенсивности выше 2 баллов говорят о наличии биологически активных веществ, выделяемых сине-зелеными водорослями.

Показатели, характеризующие безвредность химического состава воды

Такие показатели, как сухой остаток, общая жесткость, активная реакция (рН), щелочность, содержание катионов и анионов: Ca^{2+} , Na^{+} , HCO_3^{-} , Cl , SO_4^{2-} , Mg^{2+} характеризуют природный состав воды. Содержание в воде Al , Be , Mn , Cu , полифосфатов Pb , Zn , Ag , V , радия-226, стронция-90, As и др. относится к показателям, обуславливающим присутствие химических веществ, поступающих в водоисточник со сточными водами. Железо содержится в чистых природных водах, поступает оно также в водоемы со сточными водами.

2. Определение активной реакции (рН)

Водородный показатель выражают величиной рН, представляющей собой десятичный логарифм концентрации ионов водорода, взятый с обратным знаком; рН определяют в интервале от 1 до 14. В большинстве природных вод рН находится в пределах от 6,5 до 8,5 и зависит от соотношения концентраций свободного диоксида углерода и бикарбонат иона. Более низкие значения рН могут наблюдаться в кислых болотных водах. Летом при интенсивном фотосинтезе рН может повышаться до 9,0. На величину рН влияет содержание карбонатов, гидроокисей, солей, подверженных гидролизу, гуминовых веществ и т.п. Данный показатель является индикатором загрязнения открытых водоемов при выпуске в них кислых или щелочных сточных вод. В результате происходящих в воде химических и биологических процессов и потерь углекислоты рН воды может быстро изменяться, и этот показатель следует определять сразу же после отбора пробы, желательно на месте отбора.

Для определения рН воды применяются специальные реактивы - инди-

торы, а также приборы - рН-метры со стеклянными электродами. С помощью индикаторной универсальной бумаги можно определить рН с точностью 0,2-0,3 единиц рН. Измерение цветных растворов и суспензий индикаторным определением невозможно.

Электрометрический (потенциометрический) метод определения рН воды отличается большой точностью (до 0,02), позволяет проводить исследование практически в любой воде независимо от ее окраски, мутности, солевого состава. Метод основан на измерении разности потенциалов, возникающих на границах между внешней поверхностью стеклянной мембраны электрода и исследуемым раствором, с одной стороны, и внутренней поверхностью мембраны и стандартным раствором - с другой. Внутренний стандартный раствор стеклянного электрода имеет постоянную активность ионов водорода, поэтому потенциал на внутренней поверхности мембраны не меняется. Измеряемая разность потенциалов определяется потенциалом, возникающим на границе внешней поверхности электрода и исследуемого раствора. Изменение значения рН на единицу вызывает изменение потенциала электрода на 58,1 мВ при 20° С. Пределы линейной зависимости потенциала электрода от рН обусловлены свойствами стеклянного электрода. Результат определения не зависит от окраски, мутности, взвеси, присутствия свободного хлора, окислителей или восстановителей, повышенного содержания солей. Влияние температуры компенсируется специальным устройством, вмонтированным в прибор. Для измерения рН можно пользоваться потенциометрами (рН-метрами) различных марок. Стеклянные электроды этих приборов калибруются по буферным растворам.

Оборудование, реактивы, материалы:

- 1) рН-метр; 2) эталонные растворы; 3) дистиллированная вода; 4) стаканчики на 200 мл - 4 шт.; 5) фильтровальная бумага.

Материалы: воды грунтовые, поверхностные и сточные.

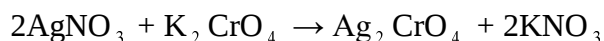
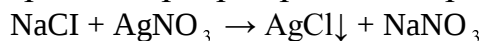
Ход работы

Перед началом работы ознакомиться с инструкцией на прибор. Определить рН воды в соответствии с инструкцией.

3. Определение хлоридов

Высокая растворимость хлоридов объясняет широкое распространение их во всех природных водах. В проточных водоемах содержание хлоридов обычно невелико (20-30 мг/л). Незагрязненные грунтовые воды в местах с несолончаковой почвой обычно содержат до 30 - 50 мг/л хлор-иона. В водах, фильтрующихся через солончаковую почву, в 1 л могут содержаться сотни и даже тысячи миллиграммов хлоридов. Вода, содержащая хлориды в концентрации более 350 мг/л, имеет солоноватый привкус, а при концентрации хлоридов 500 - 1000 мг/л неблагоприятно влияет на желудочную секрецию. Содержание хлоридов является показателем загрязнения подземных и поверхностных водоисточников и сточных вод. Определение хлоридов ведется по методу Мора. Принцип метода Мора основан на осаждении хлоридов азотнокислым серебром в присутствии

хромата калия K_2CrO_4 . При наличии в растворе хлоридов $AgNO_3$ связывается с ними, а затем образует хромат серебра оранжево-красного цвета.



Оборудование, реактивы, материалы:

1) 0,01 н раствор $AgNO_3$: растворяют 1,6987 г $AgNO_3$ в 1 л дистиллированной воды; 2) 0,01 н раствор $NaCl$ готовится из фиксаналов; 3) 5 % раствор K_2CrO_4 .

Материал: воды поверхностные, подземные и сточные.

Ход работы

Вначале устанавливают титр $AgNO_3$. Для этого в коническую колбу на 200 мл вносят 10 мл раствора $NaCl$ и 90 мл дистиллированной воды, прибавляют 5 капель K_2CrO_3 . Содержимое колбы титруют раствором $AgNO_3$ до перехода лимонно-желтой окраски мутного раствора в оранжево-красную, не исчезающую в течение 15-20 сек. Поправочный коэффициент к титру $AgNO_3$ рассчитывают по результатам трех титрований.

$$K = \frac{30}{P_1 + P_2 + P_3},$$

где P_1, P_2, P_3 - количество миллилитров $AgNO_3$, пошедших на титрование из трех титрований.

При определении хлоридов менее 250 мг/л берут 100 мл фильтрованной испытуемой воды. При большем содержании хлоридов берут 10 - 50 мл. Испытуемую воду берут в две конические колбы, доводят до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 5 капель раствора K_2CrO_4 . Раствор в одной колбе титруют $AgNO_3$, а вторая колба используется для контроля (цветной свидетель).

Расчет концентрации

Содержание хлор-иона в воде рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{P \cdot K \cdot 0,355 \cdot 1000}{V},$$

где: X - содержание хлор-иона в мг/л;

P - количество мл раствора $AgNO_3$, пошедшее на титрование;

K - поправочный коэффициент к титру;

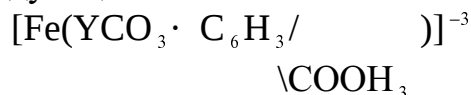
0,355 - эквивалентное количество хлора, соответствующее 0,01 н раствору $AgNO_3$.

4. Определение железа (общего) фотоколориметрическим способом

В поверхностных водах железо (II) содержится в виде достаточно устойчивого гуминовокислого железа, в подземных водах встречается главным образом

в виде бикарбоната $\text{Fe}(\text{HCO}_3)_2$. При контакте подземной воды с воздухом бикарбонат железа окисляется с образованием бурых хлопьев $\text{Fe}(\text{OH})_3$, придающего воде мутность и окраску (если содержание железа превышает 0,3 мг/л). При концентрации железа выше 1 мг/л вода приобретает вязущий привкус. Высокое содержание железа ухудшает органолептические свойства воды, делает воду непригодной в маслосыродельном и текстильном производстве, ведет к усилению размножения железоусваивающих микроорганизмов в водопроводных трубах, что ведет к зарастанию труб. В водопроводной воде содержание железа не должно превышать 0,3 мг/л.

В некоторых сточных водах железо встречается в больших количествах, например, в сточных водах травильных цехов, в сточных водах от крашения тканей и др. Пробы для определения железа не требуют консервации. Метод определения основан на том, что сульфосалициловая кислота в щелочной среде ($\text{pH} = 8 - 11,5$) образует с солями Fe (II и III) окрашенные в желтый цвет комплексные соединения следующего состава:



Интенсивность окраски образующихся комплексов пропорциональна концентрации железа в растворе. Ее измеряют на фотоколориметре и по величине оптической плотности определяют концентрацию железа. Определению мешает окраска и высокое содержание органических веществ.

Оборудование, реактивы, материалы.

1. Сульфосалициловая кислота, 10% раствор.
2. Аммиак, 10% водный раствор (2 : 3): смешивают 200 мл 25% раствора NH_4OH с 300 мл дистиллированной воды.
3. Серная кислота, ч.д.а. пл. 1,84 г/мл.
4. Азотная кислота, х.ч.
5. Стандартный раствор железа (железоаммонийные квасцы $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot \text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$). 0,8634 г квасцов растворяют в дистиллированной воде, прибавляют к раствору 10 мл H_2SO_4 конц. И разбавляют в мерной колбе до 1 л, отбирают 100 мл полученного раствора, разбавляют водой до 1 л в мерной колбе. В 1 мл рабочего стандартного раствора содержится 0,01 мг Fe.

Материал: подземная вода.

Ход работы

Анализируемая проба энергично взбалтывается, операция фильтрования исключается. Если проба окрашена или содержит значительное количество органических веществ, их мешающее влияние устраняют в результате минерализации. Для этого в термостойкий стакан на 200 мл помещают объем воды, содержащий от 0,01 до 0,1 мг Fe, добавляют 2 мл конц. H_2SO_4 и выпаривают жидкость на электрической плитке с закрытым подогревом до выделения густых белых паров SO_3 . Не прекращая нагрева, вводят в стакан 2-3 капли конц. HNO_3 , после чего окрашенная жидкость становится бесцветной и прозрачной.

Обработанную пробу количественно переносят в мерную колбу на 100 мл. Вводят в колбу 5 мл 10%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и затем нейтрализуют 5 мл 10%-ного раствора аммиака, прибавляя его в избытке. На избыток NH_4OH указывает пожелтение раствора и аммиачный запах. После охлаждения содержимое колбы доводят до метки, тщательно перемешивают и через 10 мин. после прибавления аммиака измеряют оптическую плотность. Содержание железа находят по калибровочному графику.

При отсутствии окраски и органических веществ 10 мл пробы вносят в колориметрическую пробирку на 25-30 мл. Прибавляют 5 мл раствора сульфосалициловой кислоты и 5 мл раствора NH_4OH . Перемешивают и через 10 мин. измеряют оптическую плотность на фотоколориметре при длине волны 420 нм по отношению к холостому раствору.

Для построения калибровочного графика наливают в пробирки 0,1; 0,3; 0,5; 0,6; 0,8; 1 мл рабочего стандартного раствора, разбавляют до 10 мл дистиллированной водой и продолжают, как при анализе пробы.

Концентрация железа C мг/л определяется по формуле: $C = C_x \cdot 100$,

где C_x - концентрация железа, найденная по калибровочному графику.

Определение показателей, характеризующих эпидемическую безопасность воды

Эпидемическую безопасность воды определяют по санитарно-химическим показателям. Санитарно-химические показатели относятся к косвенным показателям эпидемической безопасности воды. Эти показатели характеризуют наличие органических веществ или продуктов их распада: окисляемости перманганатной, бихроматной (химическое потребление кислорода ХПК), группу азота (азот аммонийный, нитритный, нитратный), биохимическое потребление кислорода БПК и растворенный кислород.

Перманганатная и бихроматная окисляемость показывают количество кислорода в окислителях (кислых растворах перманганата или бихромата калия), затраченное на окисление растворенного органического вещества.

Биохимическое потребление кислорода (БПК) - количество растворенного кислорода, потребляемого на окисление растворенного органического вещества под действием микроорганизмов за определенный промежуток времени.

В природных водах суши соединения азота встречаются как в минеральных, так и в органических формах. К минеральным формам относятся ионы аммония NH_4^+ , нитриты NO_2^- , нитраты NO_3^- . Органические формы представлены низкомолекулярными (аминокислоты, амины, мочевины и др.) соединениями. Концентрация азота в поверхностных и подземных водах колеблется от сотен микрограмм до сотен миллиграмм в литре.

Соли аммония, азотистой и азотной кислоты, хлориды могут находиться в воде водоемов как продукты разложения органических остатков, фекалий и мочи человека. С ними могут поступать в водоем возбудители инфекционных заболеваний, поэтому эти вещества являются косвенными показателями эпидемической безопасности воды. По количеству азотсодержащих соединений и по

их соотношению судят о наличии загрязнения, его давности или постоянстве поступления загрязнений в водоем. Так, наличие в воде только солей аммония можно трактовать при соответствующих бактериологических данных как показатель свежего органического загрязнения водоемного источника; присутствие в воде солей азотистой и азотной кислоты при отсутствии или следах солей аммония - как показатель заканчивающегося самоочищения воды; наличие в воде всей триады азотсодержащих веществ - как показатель постоянного загрязнения органическими веществами. Но необходимо учитывать возможность природного содержания их в воде или попадания с растительными остатками. В этом случае большое значение имеют динамические наблюдения за составом воды. О степени органического загрязнения воды можно судить по величине окисляемости воды. Высокая окисляемость или резкие колебания ее могут указывать на постоянное поступление органических загрязнений в водоем.

5. Определение общей жесткости

В колбу емкостью 250 мл для титрования вносят отмеренные пипеткой 50 мл исследуемой воды и прибавляют:

- а) 50 мл дистиллированной воды (отмерить мензуркой);
- б) 5 мл аммиачного буфера (градуированной пробиркой, цилиндром);
- в) сухой индикатор - хромотоген черный до получения заметной вишнево-красной окраски раствора.

г) титруют раствор трилона Б до появления голубой окраски (V_2).

Таблица расчета.

	Объем трилона Б, мл	Общая жесткость, мг-экв/л
1.		$H = \frac{C_3 \cdot V_2 \cdot 1000}{V_1}$
2.		
3.		

H - жесткость воды в

V_1 - объем воды, взятой для исследования, см³;

V_2 - объем трилона Б, пошедшего на титрование, см³;

C_3 - нормальность раствора трилона Б.

6. Определение ионов аммония (NH_4^+)

Ионы аммония определяют фотометрически по реакции с реактивом Несслера. Принцип метода основан на том, что аммоний с реактивом Несслера образуют йодид меркураммония, который окрашивает раствор в желто-коричневый цвет. Интенсивность окраски пропорциональна содержанию аммония в воде.



Так как соли кальция и магния, обычно содержащиеся в природных водах, при взаимодействии с реактивом Несслера могут выпасть в осадок, их связывают раствором виннокислого натрия-калия (сегнетова соль). Диапазон определяемых концентраций аммония - 0,05-4 мг/л.

Как правило, в чистых природных водах содержится 0,01-0,1 мг/л азота

аммонийных солей. Предельно допустимые концентрации аммиака в воде водоемов 2 мг/л (по азоту).

Оборудование, реактивы, материалы.

1. Фотоколориметр.

2. Раствор сегнетовой соли $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ - растворяют 50 г соли при нагревании в дистиллированной воде, доводят раствор до 100 мл, перемешивают, фильтруют, добавляют 5 мл 10%-ного раствора NaOH и кипятят 30 мин. (для удаления следов NH_3). Объем раствора вновь доводят до 100 мл.

3. Реактив Несслера (щелочной раствор тетраиодмеркурата калия K_2HgJ_4 , торговый препарат).

4. Безаммиачная вода - дистиллированную воду с добавкой щелочи (25 мл 5%-ного раствора NaOH на 1 л воды) кипятят 1 час.

5. Стандартный раствор NH_4Cl . *Основной раствор*. Растворяют в безаммиачной воде 296,5 мг безводного NH_4Cl , высушенного при 100°C , и разбавляют такой же водой до 100 мл; 1,00 мл полученного раствора содержит 100 мкг NH_4^+ . *Рабочий раствор*. Разбавляют безаммиачной дистиллированной водой 5 мл основного стандартного раствора до 100 мл; 1 мл полученного раствора содержит 5 мкг NH_4^+ .

Материал: подземная вода.

Ход работы.

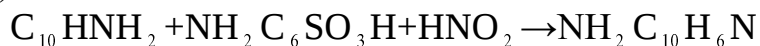
К 100 мл пробы добавляют 0,2 мл раствора сегнетовой соли; 0,2 мл реактива Несслера, смесь перемешивают и через 10 мин. измеряют оптическую плотность раствора при 425 нм в кювете толщиной 1 см на фоне дистиллированной воды. Из полученного значения оптической плотности вычитают оптическую плотность холостой пробы. Концентрацию ионов аммония в пробе определяют по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика.

В мерную колбу на 50 мл добавляют 0, 1, 2, 3, 4, 6 и 10 мл стандартного раствора NH_4Cl концентрации 5 мкг NH_4^+ в 1 мл. Разбавляют до метки безаммиачной водой, перемешивают, отбирают из каждой колбы по 10 мл и переносят в пробирки. Концентрация ионов аммония в растворах составляет 0; 0,1; 0,3; 0,4; 0,6 и 1 мг/л. Определение ионов аммония ведут по методике, описанной выше. Из полученных значений оптических плотностей вычитают оптическую плотность холостого опыта.

7. Определение нитритного азота (NO_2^-)

Метод основан на способности нитритных ионов давать интенсивно окрашенные диазосоединения с первичными ароматическими аминами. При определении используется реакция с сульфаниловой кислотой и α -нафтиламином (реактив Грисса).



Чувствительность метода - 0,5 мкг в 1 л. При большом содержании нитритов исследуемую воду необходимо разбавлять. Определению мешают взвешен-

ные вещества, мутность, окраска воды, а также сильные окислители и восстановители. Мутность и цветность удаляют фильтрованием и коагулированием. К 300 мл пробы прибавляют 0,5 г активированного угля или гидроксида аммония. Влияние окислителей и восстановителей в сильно загрязненных пробах устраняют соответствующим разбавлением пробы дистиллированной водой.

Оборудование, реактивы, материалы.

1. Фотокolorиметр.

2. Реактив Грисса, 10% раствор. Если нет готового сухого препарата, то его готовят: 0,1 г α -нифтиламина растворяют в 100 мл дистиллированной воды при кипячении в течение 15 мин. Раствор охлаждают, добавляют 5 мл ледяной уксусной кислоты и 100 мл 1% раствора сульфаниловой кислоты. Смесь хранят в склянке из темного стекла.

3. Уксусная кислота, 12% раствор. 25 мл ледяной уксусной кислоты разбавляют дистиллированной водой до 200 мл.

4. Гидроксид аммония, суспензия для коагуляции.

5. Стандартные растворы нитрита натрия NaNO_2 . Основной стандартный раствор: 4,927 г высушенного при 110°C NaNO_2 растворяют в мерной колбе на 1 л в бидистиллированной воде, доводят до метки. 1 мл раствора содержит 1000 мкг азота нитритного. Рабочий стандартный раствор. Разбавляют основной стандартный раствор бидистиллированной водой в мерной колбе сначала в 50 раз, а затем полученный раствор еще в 10 раз. 1 мл рабочего стандартного раствора содержит 2 мкг азота нитритного. Раствор консервируют прибавлением 1 мл хлороформа. Хранят в склянке из темного стекла.

Материал: вода источника.

Ход работы

100 мл исследуемой осветленной или предварительно разбавленной воды так, чтобы в ней содержалось до 0,004 мг азота, помещают в колбу или стаканчик, приливают 5 мл реактива Грисса и перемешивают. Окраска появляется через 40 мин. и сохраняется неизменной в течение 3 часов. Через 40 мин. растворы фотометрируют в кюветах толщиной 5 см с зеленым фильтром ($\lambda=530$ нм) по отношению к дистиллированной воде с добавлением реактива Грисса. Содержание нитритов находят по калибровочному графику или визуальным сравнением интенсивности окраски пробы и шкалы стандартных растворов. При очень малом содержании нитритов, когда окраска в исследуемой пробе не проявляется в течение 30 мин., пробу воды и стандарты следует подогревать в течение 10 мин. до 70°C (в одинаковых условиях), охладить и фотометрировать с этими стандартами.

Построение калибровочного графика

В ряд мерных колб вносят рабочий стандартный раствор в количестве 0,1; 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,2; 1,5; 1,6; 2,0 мл, что соответствует содержанию 0,2; 0,4; 0,8; 1,0; 1,2; 1,5; 1,6; 2,0; 3,0 мкг азота нитритов. В колбу доливают дистиллированную воду до метки и прибавляют 5 мл 10% раствора реактива Грисса, перемешивают и через 40 мин. фотометрируют. Калибровочный график строят в коор-

динах оптическая плотность-содержание азота нитритов (мкг). Целесообразно строить два калибровочных графика для содержания азота нитритов от 0 до 4 мкг и от 0 до 1,6 мкг.

Содержание азота нитритов (мг/л) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A}{V}, \text{ где:}$$

A - количество азота нитритов, найденное по калибровочному графику (мкг).

V - объем пробы, взятой для анализа (мл).

8. Определение нитратного азота (NO_3^-)

Рекомендуется определение нитратов в воде колориметрическим методом с салициловокислым натрием.

Сущность метода

Метод основан на реакции нитратов с салициловокислым натрием в присутствии серной кислоты с образованием соли нитросалициловой кислоты, окрашенной в желтый цвет.

Чувствительность метода 0,1 мг/л нитратного азота.

Оборудование, реактивы, материалы

1. Фотоэлектроколориметр.
 2. Баня водяная.
 3. Колбы мерные на 50 и 100 мл; пробирки с отметкой 10 мл с притертой пробкой; чашки фарфоровые выпарительные.
 4. Кислота серная.
 5. Натрия гидрат окиси (натр едкий).
 6. Кобальт хлористый,
 7. Калий азотнокислый.
 8. Натрий салициловокислый.
- Материал: подземная вода.

Подготовка к анализу

1. Приготовление основного стандартного раствора азотнокислого калия KNO_3 . 0,7218 г KNO_3 , высушенного при 105°C , растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л в мерной колбе. Для консервации прибавляют 1 мл хлороформа. В 1 мл раствора содержится 0,1 мг нитратного азота.

2. Приготовление рабочего стандартного раствора азотнокислого калия KNO_3 . 10 мл основного раствора разбавляют в мерной колбе дистиллированной водой до 100 мл. 1 мл этого раствора содержит 0,01 мг нитратного азота.

3. Приготовление раствора виннокислого калия-натрия. 30 г калия-натрия виннокислого растворяют в 70 мл дистиллированной воды.

4. Приготовление 0,5%-ного раствора салициловокислого натрия, 0,5 г салициловокислого натрия растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

5. Приготовление 10 н раствора едкого натра. 400 г едкого натра растворяют в дистиллированной воде и после охлаждения доводят объем до 1 л.

6. Приготовление раствора сернокислого серебра. Этот раствор использу-

ется при большом количестве хлоридов в испытуемой воде. Рекомендуется метод разбавления исследуемой воды дистиллированной водой в n раз.

Ход работы

Определению мешают цветность воды, влияние которой устраняют добавлением раствора сернокислого серебра в 100 мл исследуемой воды в количестве, эквивалентном содержанию хлор-иона. Осадок хлорида серебра отфильтровывают или отделяют центрифугированием; нитриты в концентрации 1-2 мг/л и железо в концентрации более 0,5 мг/л. Влияние железа может быть устранено добавлением 8-10 капель раствора калия-натрия виннокислого перед выпариванием воды в фарфоровой чашке.

10 мл исследуемой воды помещают в фарфоровую чашку. Прибавляют 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. После охлаждения сухой остаток увлажняют 1 мл концентрированной серной кислоты, тщательно растирают его стеклянной палочкой и оставляют на 10 мин. Затем добавляют 5-10 мл дистиллированной воды и количественно переносят в мерную колбу вместимостью 50 мл. Прибавляют 7 мл 10 н. раствора едкого натра, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. В течение 10 мин после прибавления едкого натра окраска не изменяется. Сравнение интенсивности окраски исследуемой пробы производят фотометрическим методом, измеряя оптическую плотность раствора с фиолетовым светофильтром в кюветах с толщиной рабочего слоя 1-5 см. Из найденных величин оптической плотности вычитают оптическую плотность нулевой пробы и по калибровочному графику находят содержание нитратов.

Построение калибровочного графика

Для приготовления стандартных растворов в колориметрические пробирки с отметкой на 10 мл отбирают 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0 и 10 мл рабочего стандартного раствора азотнокислого калия (1 мл - 0,01 мг N) и доводят дистиллированной водой до отметки. Содержание нитратного азота в растворах соответственно будет равно 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 6,0; 10,0 мг/л. Затем растворы переносят в фарфоровые чашки, прибавляют по 1 мл раствора салициловокислого натрия и выпаривают на водяной бане досуха. Сухой остаток обрабатывают так же, как описано при анализе пробы исследуемой воды. Оптическую плотность окрашенных растворов измеряют при помощи электрофотокolorиметра, используя фиолетовый светофильтр и кюветы с толщиной рабочего слоя 1-5 см. Из полученных величин вычитают оптическую плотность нулевой пробы и результаты наносят на график.

Содержание нитратов (X) в мг/л вычисляют по формуле в пересчете на нитратный азот:

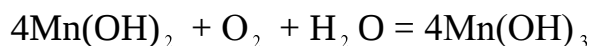
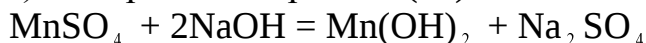
$$X = 4,46 \cdot C, \text{ где}$$

C - содержание азота, найденное по калибровочному графику мг/л.

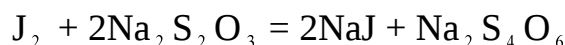
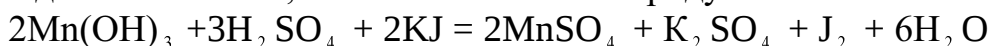
9. Определение растворенного кислорода по Винклеру

Количество кислорода, растворенного в воде, имеет большое значение для оценки состояния водоема. Его снижение указывает на резкое изменение био-

логических процессов в водоемах, а также на загрязнение водоемов веществами, биохимически интенсивно окисляющихся. Концентрация растворенного кислорода в воде зависит, кроме того, от природных факторов - атмосферного давления, температуры воды, содержания растворенных солей. Концентрация растворенного кислорода в воде водоемов питьевого и культурно-бытового пользования в пробе, отобранной до 12 часов дня, должна быть не менее 4 мг/л в любой период года. Принцип метода основан на использовании растворенного кислорода, содержащегося в определенном объеме воды, для окисления гидроксида марганца (II) в гидроксид марганца (III):



Гидроксид марганца (III) окисляет в кислой среде RJ с образованием свободного йода в количестве, эквивалентном кислороду.



Предел обнаружения растворенного кислорода по этому методу составляет 0,05 мг/л.

Оборудование, реактивы, материалы.

1. Сульфат или хлорид марганца (II) раствор. Растворяют 200 г $\text{MnSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (или 240 г $\text{MnSO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, или 182 г $\text{MnSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, или 212,5 г $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$) в дистиллированной воде и доводят объем до 1/2 л. Фильтруют через бумажный фильтр. Разбавленный раствор в кислой среде при добавлении KJ не должен выделять свободного йода.

2. Щелочной раствор KJ:

а) растворяют 75 г KJ в 50 мл дистиллированной воды. При подкислении разбавленный раствор не должен выделять йод;

б) растворяют 250 г NaOH или 350 г KOH в 250 мл дистиллированной прокипяченной воды (для удаления CO_2).

Оба раствора смешивают и доводят объем до 1/2 л.

3. Серная кислота пл. 1,84 г/мл, разбавленный раствор 1:1.

4. Тиосульфат натрия $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, 0,01 н.

5. Крахмал, 1% раствор.

Материал: подземная вода.

Ход работы

Пробы воды отбирают в прокалиброванные стеклянные емкости с притертой пробкой вместимостью 120 мл. Слянки опускают на глубину 0,5 м, вынимают и сразу закрывают пробкой, чтобы под пробкой не образовались пузырьки воздуха. После этого сразу же на месте отбора фиксируют кислород, для чего в склянку при помощи пипетки на 1 мл, погружая ее до дна, вносят 1 мл раствора MnSO_4 или MnCl_2 . Другой такой пипеткой в верхнюю часть склянки вносят 1 мл щелочного раствора KJ. Слянку осторожно закрывают пробкой так, чтобы под пробкой не осталось пузырьков воздуха. При этом из склянки выливается 2 мл исследуемой воды, т.е. столько, сколько налили реактивов. За-

тем жидкость перемешивают перевертыванием. В таком состоянии оставляют пробу для транспортировки. Перед титрованием (осадок должен хорошо осесть) приливают 2 мл H_2SO_4 (1:1), часть жидкости переливается через край. При этом раствор H_2SO_4 вносят пипеткой в нижнюю часть склянки. Закрывают склянку пробкой по тем же правилам и перемешивают до растворения осадка $Mn(OH)_3$.

После этого всю пробу переливают в коническую колбу для титрования вместимостью 250 - 300 мл и быстро титруют 0,01 н раствором тиосульфата натрия при непрерывном помешивании до слабо-желтого цвета, после чего прибавляют 1 мл крахмала и продолжают титровать до исчезновения синей окраски. Расчет содержания растворенного кислорода в воде X (мг/л) производится по формуле:

$$X = \frac{A \cdot H \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2}, \text{ где}$$

A - объем тиосульфата натрия, пошедшего на титрование, мл;

H - нормальность $Na_2S_2O_3$ с учетом поправки;

V_1 - объем пробы в склянке, мл (120 мл);

V_2 - объем реактивов, добавленный до образования $Mn(OH)_2$, (2 мл);

1000 - пересчет на 1 л;

8 - эквивалентная масса кислорода, соответствующая 1 мл 1 н раствора $Na_2S_2O_3$.

$$X = \frac{A \cdot 0,08 \cdot K \cdot 1000}{120 - 2},$$

где K - поправочный коэффициент.

10. Построение гидрогеоэкологических карт

1. Построить карту экологической оценки подземных вод **водозабора №11** по нижеприведенным данным:

- построить карту распространения марганца (Mn^{2+}) в водах района водозабора;
- выделить гидрогеологические зоны с учетом: фоновой (C_ϕ), предельно-допустимой (C_d), аномальной (C_a) концентрациями Mn^{2+} ;
- провести экологическую оценку качества вод водозабора.

Задание 1.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Mn^{2+} мг/дм ³	Фоновая концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	Аномальная концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	
1.	204				
2.	21а	0,47			
3.	20а	0,7			

4	23a	0,53			
5	19	0,35			
6	57	1,47			
7	56	0,48			
8	54	0,5			
9	53	1,13			
10	14	0,48			
11	51	1,04			
12	50	0,40			
13	12	0,05			
14	13	0,20			
15	29	0,15			
16	21	0,04			
17	8	0,32			
18	44	0,07			
19	43	1,26			
20	6	1,03			
21	11	0,24			
22	25	0,55			
23	20	0,42			
24	22	0,72			
25	221	0,121			
водохранилище					
	У скв. 11	0,82			
	У скв. 55	0,43			

Задание 2.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	Фоновая концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	Аномальная концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	
1	204	0,12			
2	21a	0,3			
3	20a	0,67			
4	23a	0,62			
5.	19	0,40			
6.	57	0,92			
7.	56	0,84			
8.	54	0,95			
9.	53	1,28			
10.	14	0,35			
11.	51	0,62			
12.	50	0,38			
13.	12	0,50			
14.	13	0,18			
15.	29	0,48			
16.	21	0,03			
17.	8	0,58			
18.	44	0,67			

19.	43	0,19			
20.	6a	0,04			
21.	11	0,20			
22.	25	0,52			
23.	20	0,05			
24.	22	0,22			
25.	6	0,30			
26.	221	0,04			
	водохранилище				
	у скв. 11	0,80			
	у скв.55	0,40			

Задание 3.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Мп, мг/дм ³	Фоновая концентрация Мп, мг/дм	Аномальная концентрация Мп, мг/дм ³	
1.	204	0,01			
2.	21a	0,15			
3.	20a	0,62			
4.	23a	0,48			
5.	19	0,37			
6.	57	1,47			
7.	51	0,79			
8.	54	0,97			
9.	53	-			
10.	14	0,3			
11.	51	-			
12.	50	0,67			
13.	12	0			
14.	13	0.15			
15.	29	0,85			
16.	21	0,03			
17.	8	-			
18.	44	0,73			
19.	43	-			
20.	6	0,24			
21.	11	-			
22.	25	-			
23.	20	-			
24.	22	-			
	водохранилище				
	у скв. 11	-			
	у скв. 55	-			

2. Построить карту экологической оценки подземных вод водозабора № 8 по нижеприведенным данным:

- построить карту распространения марганца (Mn^{2+}) в водах района водозабора;
- выделить гидрогеологические зоны с учетом: фоновой (C_{ϕ}), предельно-

допустимой (C_d), аномальной (C_a) концентрациями Mn^{2+} ;

в) провести экологическую оценку качества вод водозабора.

Задание 1.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Mn мг/дм ³	Фоновая концентрация Mn мг/дм ³	Аномальная концентрация Mn, мг/дм ³	
1.	1	0,21			
2.	2	0,79			
3.	4	0,41			
4.	1a	0,65			
5.	48	0,09			
6.	52	0,043			
7.	53	0,23			
8.	38	0,6			
9.	55	1,05			
10.	12	0,48			
11.	30	0,51			
12.	57	1,0			
13.	29	0,76			
14.	16	0,25			
15.	23	0,6			
16.	24	0,16			
17.	25	0,75			
18.	26	0,4			
19.	39	0,027			

Задание 2.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Mn, мг/дм ³	Фоновая концентрация Mn, мг/дм ³	Аномальная концентрация Mn, мг/дм ³	
1.	1	0,62			
2.	2	0,24			
3.	4	0,62			
4.	1a	0,07			
5.	48	0,04			
6.	52	0,17			
7.	53	0,04			
8.	38	0,28			
9.	55	0,01			
10.	12	0,28			
11.	30	0,027			
12.	57	0,20			
13.	29	0,48			
14.	16	0,01			
15.	23	0,57			
16.	24	0,01			
17.	25	0,38			
18.	26	0,05			
19.	39	0,48			

Задание 3.

№ пп.	№ скважины	Концентрация Mn^{2+} мг/дм ³	Фоновая концен- трация Mn^{2+} мг/дм ³	Аномальная концентрация Mn^{2+} , мг/дм ³	
1.	1	-0,38			
2.	2	0,2			
3.	4	-0,18			
4.	1a	0,06			
5.	48	-0,5			
6.	52	-0,16			
7.	53	-0,36			
8.	38	0,01			
9.	55	0,46			
10.	12	-0,15			
11.	30	-0,08			
12.	57	0,41			
13.	29	0,17			
14.	16	-0,34			
15.	23	0,01			
16.	24	-0,43			
17.	25	0,16			
18.	26	-0,19			
19.	39	-0,1			

Литература

1. ГОСТ "Вода питьевая" - М.: Госстандарт, 1984-С. 54-60.
2. Кирюхин В.А. и др. Гидрогеохимия.-М.: Недра, 1993, 383 с.
3. Лурье Ю.В. Унифицированные методы анализа воды.-М., 1971, 470 с.
4. Федорова А.И., Никольская А.И. Практикум по экологии и охране окружающей среды.-Воронеж; Изд-во Воронеж. ун-та., 1997, 304 с.

СОДЕРЖАНИЕ

1. Определение органолептических свойств подземных вод	2
2. Определение активной реакции (pH)	4
3. Определение хлоридов	5
4. Определение железа (общего) фотоколориметрическим способом	6
Определение показателей, характеризующих эпидемическую безопасность воды	8
5. Определение общей жесткости	9
6. Определение ионов аммония (NH_4^+)	9
7. Определение нитритного азота (NO_2)	10
8. Определение нитратного азота (NO_3)	12
9. Определение растворенного кислорода по Винклеру	13
10. Построение гидрогеоэкологических карт	15
Литература	19
СОДЕРЖАНИЕ	20

Составитель
Редактор

Алла Яковлевна Смирнова
З.Е. Кузнецова