

Никитина Е.Н., Вершинина И.Г.

**СИСТЕМЫ ДИАГНОСТИКИ И КОНТРОЛЬ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Лабораторный практикум





МИНОБРНАУКИ РОССИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ
ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ
ВЫСШЕГО ПРОФЕССИОНАЛЬНОГО ОБРАЗОВАНИЯ
«САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Кафедра «Общеинженерных дисциплин»

Никитина Е.Н., Вершинина И.Г.

**СИСТЕМЫ ДИАГНОСТИКИ И КОНТРОЛЬ
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ**

Лабораторный практикум

Самара
Самарский государственный технический университет
2013

Печатается по решению редакционно-издательского совета ФГБОУ СамГТУ

УДК 504.064

Никитина Е. Н., Вершинина И. Г.

Системы диагностики и контроля окружающей среды: лабораторный практикум /
Е.Н. Никитина, И.Г.Вершинина – Самара; Самар. гос. техн. ун-т, 2013.-63 с

Лабораторный практикум по дисциплине «Системы диагностики и контроля окружающей среды» предназначен для студентов всех форм обучения направления 280700 – «Техносферная безопасность».

В практикуме рассматриваются современные методы и средства , используемые для контроля показателей качества компонентов окружающей и производственной среды.

УДК 504.064

Рецензенты: профессор филиала ФГБОУ ВПО «Сам ГТУ» в г. Сызрани
А.В. Епанчинов;
Заведующая санитарно-гигиенической лабораторией
филиала ФБУЗ «Центр гигиены и эпидемиологии в
Самарской области в г. Сызрани» С.А.Астафьева

©Е.Н.Никитина, И.Г.Вершинина,2013
© Самарский государственный
технический университет, 2013

СОДЕРЖАНИЕ

ВВЕДЕНИЕ	5
Лабораторная работа № 1 Измерение массовой концентрации пыли в воздушной среде гравиметрическим методом	6
Лабораторная работа №2 Исследование показателей качества питьевой воды.....	20
Лабораторная работа №3 Определение массовой доли подвижных форм тяжелых металлов в природной воде методом инверсионной вольтамперометрии.....	37
Лабораторная работа № 4 Исследование мутности проб воды методом фотоэлектроколориметрии с построением градуировочного графика.....	54
БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК.....	61

Введение

Организация систем диагностики и контроля окружающей среды является необходимым условием для принятия управленческих решений в области охраны окружающей среды, а также разработки мероприятий по экологической реабилитации территорий и снижению негативного влияния антропогенной деятельности на экологические системы и человека.

Задачи диагностики и контроля окружающей среды связаны с исследованиями и измерениями химических, микробиологических и физических показателей качества компонентов окружающей среды – воздуха, воды, почвы, снежного покрова. В связи с тем, что основные экологические проблемы связаны с поступлением в окружающую среду загрязняющих веществ, задачи по измерению остаточных количеств загрязнителей в указанных средах являются актуальными и решаются в рамках экоаналитического контроля. На результаты измерений при этом влияет ряд факторов – метод анализа, корректность отбора проб для анализа, условия хранения пробы, квалификация специалиста, выполняющего анализ, качество реактивов, состояние средств измерений.

Особое значение имеет выбор методов анализа и средств измерений. В настоящее время для целей экоаналитического контроля применяются как традиционные методы физико-химического анализа, например, фотоэлектроколориметрия, хроматография, так и цифровые современные приборы, позволяющие сократить время проведения измерений и обеспечивающие высокую точность анализа.

Лабораторная работа №1

ИЗМЕРЕНИЯ МАССОВОЙ КОНЦЕНТРАЦИИ ПЫЛИ В ВОЗДУШНОЙ СРЕДЕ ГРАВИМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Цель работы:

1- изучить свойства аэродисперсных систем и гигиенические нормативы содержания взвешенных веществ в воздухе;

2- изучить методику отбора проб воздуха для определения концентрации пыли;

3- произвести отбор проб воздуха у источника эмиссии пыли и определить концентрацию пыли в воздухе рабочей зоны.

Теоретическая часть

Взвешенные вещества, содержащиеся в воздушной среде в виде пылей и аэрозолей создают высокие риски для человека. Причем риски возрастают вместе с ростом степени дисперсности пыли-уменьшением размера частиц, поскольку тонкая пыль проникает глубже в органы дыхания. Источники поступления взвешенных веществ в окружающую среду могут быть естественного, антропогенного и техногенного происхождения. К природным источникам выделения пыли в воздух относится вулканическая деятельность, пыльные бури. Низкий уровень благоустройства городских территорий, наличие неухоженных пустырей вместо газонов, отсутствие травяного покрова также неизбежно ведет к эрозии почвы и поступлению ее частиц в воздух.

На объектах техносферы, различных отраслей промышленности выбросы взвешенных частиц связаны со следующими технологическими операциями:

- приготовление, транспортировка, пересыпка порошкообразных компонентов (муки, зерна, минеральных веществ и их смесей);

- пересыпка и перевалка грунта, песка, щебня, цемента и других пылящих материалов на строительных площадках;

- дробление, измельчение, грохочение, просеивание (при обогащении руд полезных ископаемых, в мукомольных производствах);

- сжигание нефти, мазута;

- механическая обработка материалов и их поверхностей (резка, шлифовка, пескоструйная и дробеструйная обработка поверхностей, заточка инструмента);

- нанесение лакокрасочных покрытий распылением пульверизатором;

- операции, связанные с расплавлением металла (литье металлов и их сплавов, сварка, газорезка, пайка и др.);

- операции с нефтяными маслами, кремнийорганическими жидкостями;

- уборка территорий без предварительного увлажнения.

При выполнении операций с расплавлением металлов выделяются аэрозоли металлов и сопутствующие газообразные вещества. Например, в зоне дыхания сварщика образуется сварочный аэрозоль, содержащий тяжелые металлы, как правило, марганец.

В промышленности и транспортной инфраструктуре распространены также операции по смазке при смазке деталей машин и форм нефтяными маслами и кремнийорганическими смазками. Увеличение содержания аэрозолей, масел в воздухе рабочей зоны происходит при использовании распыления смазки и нанесения ее на горячие поверхности.

Взвесь твердых и жидких частиц в воздухе называют аэродисперсными системами или аэрозолями. Аэрозоли принято делить на пыль, дым, туман.

Пыли или дымы – это системы, состоящие из воздуха или газа и распределенных в них частиц твердого вещества, а туманы – системы, образованные воздухом или газом и частицами жидкости.

Размеры твердых частиц пылей превышают 1 мкм, а размеры твердых частиц дыма меньше этого значения. Различают крупнодисперсную (размер твердых частиц более 50 мкм), среднедисперсную (от 10 до 50 мкм) и мелкодисперсную (размер частиц менее 10 мкм) пыль. Размер жидких частиц, образующих туманы, обычно лежит в пределах от 0,3 до 5 мкм.

Большинство видов пыли обладает фиброгенным действием, в таких случаях пыль классифицируют как АПФД – аэрозоль преимущественно фиброгенного действия. Пыль может также вызывать аллергические реакции, провоцировать онкологические заболевания (канцерогеноопасные виды пыли), обладать общетоксическим действием.

Особую опасность представляют ультратонкие частицы – фракция частиц с аэродинамическим диаметром менее 0,1 мкм – наночастицы, составляющие до 40% выбросов мелкодисперсных фракций выбросов автомобильного транспорта, особенно дизельного, представляющих высокую канцерогенную опасность для здоровья населения.

Выделяют целую группу заболеваний легких, вызванных вдыханием различных видов пыли и характеризующихся развитием в них фиброзного процесса. Профессиональное заболевание – пневмокониоз — (др.-греч. *pneumon* — лёгкие и *konia* — пыль), встречается у рабочих горнорудной, угольной, машиностроительной и некоторых других отраслей промышленности. В зависимости от состава вдыхаемой пыли различают несколько видов пневмокониоза: силикоз, вызванный вдыханием пыли, содержащей большое количество свободной двуокиси кремния; силикатозы (от пыли силикатов, то есть веществ, содержащих двуокись кремния, связанную с другими элементами, например алюминием, магнием); асбестоз — от асбестовой пыли, талькоз — от тальковой пыли; антракоз (др.-греч. *anthrax* — уголь) — от каменно-угольной пыли; сидероз (др.-греч. *sideros* — железо) — от пыли железа; силикоантракоз — от смешанной пыли двуокиси кремния и каменного угля. Не менее опасны аэрозоли тяжелых металлов, например свинца, олова, хрома, никеля. Известен целый ряд специфических профессиональных заболеваний, вызванных вдыханием аэрозолей металлов.

Для профилактики заболеваний большое внимание следует уделять изменению технологии для борьбы с запылённостью воздуха на производствах. Например, переход на влажные процессы (гидропескоструйная обработка поверхности вместо сухой пескоструйной), максимальная герметизация пылящих процессов,

отказ от пылящих материалов. Важную роль играют также предварительный (для поступающих на работу) и периодический (для работающих) медосмотры, а также контроль содержания пыли в воздушной среде.

Предельно допустимые концентрации (ПДК) пыли в воздухе зависят от химического и минералогического состава пыли, наличия диоксида кремния и других фиброгенных компонентов. Нормируется содержание взвешенных веществ как в атмосферном воздухе населенных мест (ПДК_{атм.в.} максимальная разовая –ПДК_{м.р.} и ПДК_{атм.в.} среднесуточная –ПДК_{ср.сут}), так и в воздухе рабочей зоны (ПДК_{в.р.з.} максимальная разовая –ПДК_{м.р.} и ПДК_{среднесменная} –ПДК_{с.см.}). Численные показатели указанных гигиенических нормативов для ряда веществ и их биологическое действие приведены в таблице 1.1. В таблице приняты следующие сокращения : А- аллергенное действие , К- канцерогенное действие , Ф- фиброгенное действие (АПФД).

Таблица 1.1

ПДК пыли в воздушной среде

№ п/п	Наименование вещества	Величина ПДК, мг/м ³	Преимущественное агрегатное состояние в воздухе в условиях производства	Класс опасности	Особенности действия на организм
1	2	3	4	5	6
1	Пыль доменного шлака	-/6	а	4	Ф
2	Пыль растительного и животного происхождения:				
	а) с примесью диоксида кремния от 2 до 10%	-/4	а	4	А,Ф
	б) зерновая	-/4	а	3	А,Ф

1	2	3	4	5	6
	в) лубяная, хлопчатобумажная, хлопковая, льняная, шерстяная, пуховая и др.(с примесью диоксида кремния более 10%)	-/2	а	4	А,Ф
	г) мучная, древесная и др. (с примесью диоксида кремния менее 2%)	-/6	а	4	А,Ф
	д) хлопковая мука (по белку)	-/0,5	а	3	А

Описание гравиметрического метода измерения содержания пыли

Измерение массовых концентраций пыли основано на гравиметрическом (весовом) определении массы пыли (дисперсной фазы аэрозолей), уловленной из измеренного объема исследуемого воздуха.

Контроль содержания пыли в воздухе проводится путем сравнения измеренных максимальных и среднесменных концентраций с их предельно допустимыми значениями - максимальными разовыми и среднесуточными (для атмосферного воздуха населенных мест) или среднесменными (для воздуха рабочей зоны).

Отбор проб воздуха для определения содержания пыли

Отбор проб воздуха проводят путем протягивания запыленного воздуха с помощью аспирирующего устройства на специальные фильтры.

В данной лабораторной работе применяется электроаспиратор ПУ-4Э (рис.1.1), который позволяет протягивать определенный объем воздуха через пробоотборное устройство с заданной скоростью. Линейная скорость подачи воздуха регулируется двумя

ротаметрами с регулировочными вентилями, позволяющими работать в 2-х диапазонах скоростей- 0,5-5 дм³/мин и 2-20 дм³/мин. Воздух протягивается с помощью электрического насоса , находящегося в корпусе прибора, через присоединенный к ротаметру гибкий шланг , соединенный с улавливающим устройством, в качестве которого при отборе пыли применяется фильтродержатель (2 соединяемые резьбой пластиковые воронки) с круглыми фильтрами типа АФА -ВП из ультратонких полимерных волокон. Параметры отбора пробы задаются и контролируются с помощью дисплея и соответствующих кнопок на передней панели прибора. При нагрузке воздухом более 3 дм³/мин. х см² в фильтродержатель вставляется опорная сетка из латуни или нержавеющей стали. Относительная погрешность скорости отбора пробы-не более +/- 5%, с точностью отсчета времени +/- 0,5 с.



Рис.1.1 Общий вид электроаспиратора ПУ-4Э

Нижний предел измерения массовой концентрации пыли в воздухе зависит от точности применяемых аналитических весов (+/- 0,1 мг) и от объема аспирируемого воздуха.

Определение невозможно в средах, содержащих ацетон, бензол, ксилол, дихлорэтан, так как фильтры типа АФА-ВП под действием этих паров изменяют свою структуру с потерей фильтрующих свойств.

Средства измерений:

Прибор для отбора проб воздуха – аспиратор электрический ПУ-4Э автоматический;

весы лабораторные высокого (II) класса точности (НТР-220 СЕ) с пределом взвешивания от 0,1 мг до 200 г ГОСТ 24104-2001;

шкаф сушильный электрический лабораторный ШС-150 с терморегулированием;

цилиндр мерный 2-50-2 ГОСТ 1770-74;

эксикатор 2-190 ГОСТ 25336-82;

стаканчик для взвешивания (бюкс) СВ-34/12 ГОСТ 25336-82;

колба коническая Кн-1-250-14/23ТС ГОСТ 25336-82;

пинцет медицинский ГОСТ 21241-89;

игла на диске металлическом для насадки фильтров и их обработки;

трубка резиновая медицинская ГОСТ 3399-76;

Реактивы и материалы:

фильтродержатель ИРА ТУ 95-1021-82;

фильтр типа АФА-ВП-10, АФА-ВП-20 ТУ 95-1892-89.

Подготовка и обработка фильтров, выполнение измерений в лаборатории, процедура контроля погрешности измерений должны проводиться в следующих условиях:

температура окружающего воздуха, °С 20 +/- 5;

атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.) 84,0 - 106,7 (630 - 800);

относительная влажность воздуха, %, не более 80;

напряжение питания, В 220 ;

частота, Гц 50 +/- 1.

Подготовка к выполнению измерений

1. Подготовка фильтров

Перед применением и взвешивание фильтры для отбора проб воздуха необходимо осушить. Для подготовки эксикатора с целью дальнейшей осушки фильтров на дно эксикатора помещается осушитель - прокаленный хлористый кальций.

Аналитические аэрозольные фильтры АФА-ВП-10 и АФА-ВП-20(с рабочей площадью 10 кв. см или 20 кв. см) предназначены для определения весовой (массовой) концентрации аэродисперсных примесей. Они изготавливаются в виде дисков из перхлорвинила, устойчивы по отношению к кислотам и щелочам, гидрофобны, растворимы в ацетоне и дихлорэтане. Температура использования фильтров типа АФА-ВП не должна превышать 60 °С.

Для проведения измерений с использованием фильтров АФА применяют улавливающее устройство, состоящее из фильтродержателя (с опорной сеткой из латуни или нержавеющей стали при нагрузке воздухом более 3 дм³/мин. х см²) и аспиратора, обеспечивающего прохождение воздуха через каждый фильтр с объемной скоростью от 10 до 140 дм³/мин. (относительная погрешность не более +/- 5%), с точностью отсчета времени +/- 0,5 с.

Объем аспирируемого воздуха зависит от предполагаемого содержания пыли и определяется необходимостью накопления на фильтре такого количества пыли, которое достаточно для надежного взвешивания, но не менее 1 - 2 мг и не превышает пылеемкости применяемого фильтра.

В обоснованных случаях при измерении всей витающей пыли учитывают навески с массой менее 1 мг при прохождении через фильтр более 2 м³ воздуха.

При определении содержания пыли в воздухе с использованием фильтров АФА-ВП-10 и АФА-ВП-20 масса навески пыли должна быть:

- 1 - 25 мг на фильтре АФА-ВП-10, а объемная скорость (производительность) пробоотборника не должна превышать 70 дм³/мин.;

- 2 - 50 мг на фильтре АФА-ВП-20, а объемная скорость (производительность) пробоотборника не должна превышать 140 куб. дм/мин.

Взвешивание фильтров производят до и после отбора проб в лабораторных условиях на аналитических весах, имеющих

погрешность не более $\pm 0,1$ мг. При первом и повторном взвешивании допускается изменение температуры воздуха в помещении в пределах ± 2 °С и относительной влажности воздуха $\pm 10\%$. Фильтры с пылью перед взвешиванием должны находиться не менее 2 ч в помещении, в котором будет производиться взвешивание. При отборе проб в условиях повышенной влажности (более 75%) перед повторным взвешиванием фильтры следует помещать в эксикатор на 2 ч.

Перед отбором проб пыли на фильтры типа АФА необходимо выдержать их в условиях комнатной температуры и влажности и затем взвесить на аналитических весах в следующем порядке:

- извлечь из ячейки упаковочного листа защитное бумажное кольцо и фильтр. Сложить фильтр с помощью пинцета вдвое и поместить в центр чашки весов так, чтобы фильтр не выступал за ее края;

- после взвешивания фильтр осторожно расправить за опрессованные края с помощью пинцета;

- нанести номер фильтра и его массу на выступе кольца и занести эти данные в лабораторный журнал;

- приготовить таким способом необходимое количество фильтров;

- поместить собранные аналитические фильтры в ячейки упаковочного листа и перенести к месту отбора проб.

2. Отбор проб воздуха

Опробовать работу электроасpirатора в соответствии с указаниями эксплуатационной документации.

Контроль соответствия максимальным ПДК.

Длительность отбора одной пробы воздуха на пыль для контроля соответствия максимальным ПДК зависит от концентрации пыли в воздухе, но не должна превышать 15 мин., а для пыли преимущественно фиброгенного действия - не более 30 мин.

Если метод анализа позволяет отобрать за время технологической операции, сопровождающейся наиболее интенсивным

пылеобразованием, несколько (2 - 3 и более) проб в течение указанного выше времени, то вычисляют среднеарифметическую (при равной длительности отбора отдельных проб) или средневзвешенную во времени (при разной длительности отбора отдельных проб) величину из полученных результатов, которую сравнивают с ПДК для конкретного вида пыли.

Контроль соответствия среднесменным ПДК

Измерение среднесменной концентрации проводится в течение всей смены, но не менее 75% ее продолжительности, при условии охвата всех (не только пылеобразующих) производственных операций в течение смены, в том числе перерывов в работе и при выполнении установленной нормы выработки. Разрешается как непрерывный отбор проб пыли, так и дискретный. Отбор разовых (отдельных) проб разрешается с любой, но обязательно фиксируемой, длительностью пробоотбора.

На рабочих местах концентрацию пыли необходимо измерять в зоне дыхания или в случае невозможности такого отбора с максимальным приближением к ней воздухозаборного устройства (на высоте 1,5 м от пола при работе стоя и 1,0 м - при работе сидя). Если рабочее место не фиксировано, измерение концентрации пыли проводят в точках рабочей зоны, в которых работающий находится более 50% смены.

При отборе пробы фильтродержатель с фильтром следует располагать так, чтобы плоскость всасывания образовывала угол 90 °С с направлением движения потока воздуха. Если направление воздушного потока выражено неясно, поверхность фильтра надо направлять в сторону источника пылеобразования.

Во всех случаях измерения концентрации пыли в воздухе необходимо проводить вне зоны действия:

- отработанного сжатого воздуха от пневмомашин и механизмов;
- воздуха, выбрасываемого из электродвигателей с воздушным охлаждением;

- воздушного потока, входящего в воздуховод или выходящего из него; диспергированной жидкости и кусочков горной массы.

Для приведения проб к стандартным условиям:

измерить температуру, барометрическое давление, влажность и скорость движения воздуха, а на открытых площадках определить направление потока воздуха.

При отборе проб воздуха необходимо:

- извлечь из обоймы и калки фильтр за выступ защитного бумажного кольца, вставить фильтр с защитным кольцом в фильтродержатель;

- установить на штативе или подвесить в соответствии с изложенными выше требованиями фильтродержатель с фильтром и соединить его резиновыми трубками с аспиратором;

- опробовать работу установки и проверить плотность герметизации соединений фильтродержателя с аспиратором;

- включить прибор для отбора проб воздуха, установить необходимый расход воздуха в соответствии (в зависимости от концентрации пыли, площади фильтра, времени отбора пробы), зафиксировать время начала измерений, включить секундомер и производить отбор пробы;

- по окончании времени отбора пробы выключить прибор;

- записать время отбора каждой отдельной разовой пробы;

- извлечь фильтры из фильтродержателя, каждый сложить вдвое или вчетверо (запыленной стороной внутрь) и уложить в пакет из калки, который поместить в обойму.

Для сохранения уловленной пыли все эти операции продельывают, повернув фильтродержатель в вертикальное положение фильтром вверх.

В местах отбора проб, где скорость воздушного потока превышает 1,5 м/с, фильтродержатель должен иметь опорную сетку для исключения прорыва фильтра.

Провести отбор проб воздуха с помощью электроаспиратора при выполнении операций по шлифовке поверхности деревянной

заготовки и керамической детали при следующих параметрах- время отбора пробы- 1 мин, скорость отбора- 4 л/мин.

Выполнение измерений и обработка результатов

После отбора пробы воздуха проводится повторное взвешивание фильтров в лаборатории на тех же весах с выполнением операций с предварительной осушкой фильтров при влажности воздуха более 75%.

Массовую концентрацию пыли в отдельной пробе (K , мг/куб. м)

$$K_n = \frac{(m_0 - m_n) \times 1000}{V_{20}}, \quad (1.1)$$

где K_n - концентрация всей витающей в воздухе пыли в отдельной пробе, мг/куб. м;

m_0 - масса фильтра до отбора пробы, мг;

m_n - масса фильтра (накопителя) с пылью после экстрагирования масел, мг;

V_{20} - объем воздуха, отобранный для анализа и приведенный к стандартным условиям, куб.дм.

Приведение объема воздуха к стандартным условиям

Приведение объема воздуха к стандартным условиям при температуре 293 К (20 °С) и атмосферном давлении 101,33 кПа (760 мм рт. ст.) производят по формуле

$$V_{20} = \frac{V_t \times 293 \times P}{(273 + t) \times 101,33}, \quad (1.2)$$

где V_t - объем воздуха, отобранный для анализа, куб. дм;

P - барометрическое давление в месте отбора проб, кПа (101,33 кПа = 760 мм рт. ст.);

t - температура воздуха в месте отбора пробы, °С.

Расчет концентрации пыли в воздухе рабочей зоны для контроля соответствия максимальным ПДК.

Если время отбора отдельных проб одинаково (не более 15 мин. или 30 мин. (для АПФД), то расчет среднеарифметической концентрации пыли. K ведут по формуле

$$K = \frac{K_1 + K_2 + \dots + K_n}{n}, \quad (1.3)$$

где K - среднеарифметическая концентрация пыли в воздухе рабочей зоны, мг/куб. м;

$K_1, K_2 \dots K_n$ - концентрации пыли по результатам измерения отдельных проб, мг/куб. м;

n - количество отобранных проб за 15 или 30 мин.

При контроле за ПДК, полученный результат (K) сравнивают со значением ПДК для данного вида пыли.

Среднеарифметические значения концентраций пыли являются характеристиками нормального закона, которому динамические концентрации пыли, как правило, не подчиняются, лучше использовать более общую формулу (1.4).

Если время отбора отдельных проб разное в течение 15 или 30 мин. отбора, то рассчитывают средневзвешенную по времени концентрацию пыли по формуле

$$K = \frac{K_1 \times 1t + K_2 \times 2t + \dots + K_n \times nt}{t_1 + t_2 + \dots + t_n}, \quad (1.4)$$

где K - средневзвешенная концентрация пыли в воздухе рабочей зоны, мг/куб. м;

$K_1, K_2 \dots K_n$ - концентрации пыли по данным отдельных проб, мг/куб. м;

$t_1, t_2 \dots t_n$ - время отбора отдельной пробы, мин.

Полученный результат сравнивают с ПДКм.р.

Расчетный метод среднесменной концентрации пыли в воздухе рабочей зоны. Рассчитывают среднюю концентрацию пыли K_0 , t на каждой операции (этапы технологической стадии) по результатам отбора проб за время операции по формуле (1.4).

По результатам средних концентраций за операцию (K_n) с учетом продолжительности операции (Tn) рассчитывают среднесменную

концентрацию (K_{cc}) как средневзвешенную по времени величину за смену по формуле:

$$K_{\text{ср.смя}} = \frac{K_1 \times T_1 + K_2 \times T_2 + K_n \times T_n}{\Sigma T}, \quad (1.5)$$

где:

$K_1, K_2 \dots K_n$ - средневзвешенная концентрация за операцию, мг/куб. м;

$T_1, T_2, \dots T_n$ - продолжительность операции, мин.;

ΣT - продолжительность всех операций, соответствующая продолжительности рабочей смены (480 мин.).

Для достоверной характеристики воздушной среды необходимо получить данные не менее чем по трем сменам.

Состав отчета

1. Название, цель работы .
2. Ответы на контрольные вопросы.
3. Задание.
4. Описание принципов методик анализа питьевой воды.
5. Обработка результатов измерений.
6. Выводы.

Контрольные вопросы

1. Какие аэродисперсные системы вы знаете и каковы их характеристики?
2. Назовите природные источники выделения пыли в воздушную среду.
3. Приведите пример технологических операций, которые сопровождаются выделением пыли.
4. Опишите биологическое действие разных видов пыли на организм человека. Приведите примеры.
5. Какие аэрозоли обладают фиброгенным действием?
6. Какие ПДК более строгие:
 - ПДК для воздуха населенных мест или ПДК для атмосферного воздуха;
 - ПДК среднесменная или ПДК максимальная разовая (для воздуха рабочей зоны)?
7. Опишите назначение и устройство электроасpirатора ПУ-4Э.

8. Какие фильтры и фильтродержатели применяются при отборе проб воздуха на содержание пыли?
9. Какие требования предъявляются к отбору проб запыленного воздуха?
10. По каким формулам проводится расчет фактического содержания пыли при определении максимальной разовой и среднесменной концентрации пыли?
11. Прокомментируйте результаты измерений содержания пыли в воздухе рабочей зоны. Соответствует ли фактическое содержание гигиеническим нормативам?

Лабораторная работа №2

ИССЛЕДОВАНИЕ ПОКАЗАТЕЛЕЙ КАЧЕСТВА ПИТЬЕВОЙ ВОДЫ

Цель работы:

- 1- изучить требования к качеству питьевой воды;
- 2- провести исследование проб питьевой воды по ряду показателей, сравнить результаты с гигиеническими нормативами качества.

Теоретическая часть

Качество воды - это характеристика состава и свойств воды, определяющая ее пригодность для конкретных видов водопользования.

Показатели качества — это перечень свойств воды, численные значения которых сравнивают с нормами качества воды.

Нормы качества — это установленные количественные значения показателей качества воды для конкретных видов водопользования.

В настоящее время существуют пять основных групп показателей качества питьевой воды:

- обобщенные;
- органолептические;
- химические;
- токсикологические;
- микробиологические.

Обобщенные показатели включают рН, содержание минеральных солей, жесткость воды, окисляемость, содержание нефтепродуктов, поверхностно-активных веществ. Обобщенные показатели во многом определяют органолептические свойства воды.

Органолептические. Этот вид показателей отвечает за вкусовые показатели: запах, цвет, мутность.

Химические. По ним определяется состав и количество химических веществ и элементов, которые образовались после обработки воды перед подачей её в водопроводы. В частности определяется содержание в воде остаточного свободного хлора, серебра и хлороформа.

Токсикологические. С их помощью контролируется отсутствие или наличие в воде в пределах допустимых норм таких опасных веществ как фенолов, свинца, алюминия, мышьяка, пестицидов.

Микробиологические. По ним производят определение отсутствия в воде опасной микрофлоры. Безопасность питьевой воды в эпидемическом отношении определяется ее соответствием нормативам по микробиологическим и паразитологическим показателям, представленным в таблице 2.1.

Таблица 2.1

**Нормативы микробиологических
и паразитологических показателей питьевой воды**

Показатели	Единицы измерения	Нормативы
1	2	3
Термотолерантные колиформные бактерии	Число бактерий в 100 мл ¹⁾	Отсутствие
Общие колиформные бактерии ²⁾	Число бактерий в 100 мл ¹⁾	Отсутствие
Общее микробное число ²⁾	Число образующих колонии бактерий в 1 мл	Не более 50
Колифаги ³⁾	Число бляшкообразующих единиц (БСЕ) в 100 мл	Отсутствие
Споры сульфитредуцирующих клостридий ⁴⁾	Число спор в 20 мл	Отсутствие
Цисты лямблий ³⁾	Число цист в 50 мл	Отсутствие

Примечания:

1) При определении проводится трехкратное исследование по 100 мл отобранной пробы воды.

2) Превышение норматива не допускается в 95% проб, отбираемых в точках водоразбора наружной и внутренней водопроводной сети в течение 12 месяцев, при количестве исследуемых проб не менее 100 за год.

3) Определение проводится только в системах водоснабжения из поверхностных источников перед подачей воды в распределительную сеть.

4) Определение проводится при оценке эффективности технологии обработки воды.

В таблице 2.2 представлены санитарно-гигиенические нормативы качества питьевой воды, установленные на территории Российской Федерации.

Таблица 2.2

**Санитарно-гигиенические нормативы качества питьевой воды
(Извлечение из СанПиН 2.1.4.1074-01)**

Показатели	Единицы измерения	Нормативы, не более	Показатель вредности <1>	Класс опасности
Обобщенные показатели				
Водородный показатель	единицы рН	в пределах 6 - 9		
Общая минерализация (сухой остаток)	мг/л	1000 (1500) <2>		
Жесткость общая	мгэкв./ дм ³	7,0 (10) <2>		
Окисляемость перманганатная	мг/ дм ³	5,0		
Нефтепродукты, суммарно	мг/ дм ³	0,1		
Поверхностно - активные вещества (ПАВ), анионоактивные	мг/ дм ³	0,5		
Фенольный индекс	мг/ дм ³	0,25		
Органолептические показатели				
1. Привкус	баллы	2		

Показатели	Единицы измерения	Нормативы, не более	Показатель вредности <1>	Класс опасности
2. Цветность	градусы (условные)	2 (35)		
3. Мутность	ЕМФ/дм ³	2,6 (3,5)		
Неорганические вещества				
Алюминий Al ³⁺	мг/л	0,5	с.-т.	2
Барий Ba ²⁺	- " -	0,1	- " -	2
Бериллий Be ²⁺	- " -	0,0002	- " -	1
Бор (В, суммарно)	- " -	0,5	- " -	2
Железо (Fe, суммарно)	- " -	0,3 (1,0) <2> орг.	3	
Кадмий (Cd, суммарно)	- " -	0,001	с.-т.	2
Марганец (Mn, суммарно)	- " -	0,1 (0,5) <2>	орг.	3
Медь (Cu, суммарно)	- " -	1,0	- " -	3
Молибден (Mo, суммарно)	- " -	0,25	с.-т.	2
Мышьяк (As, суммарно)	- " -	0,05	с.-т.	2
Никель (Ni, суммарно)	- " -	0,1	с.-т.	3
Нитраты по NO ³⁻	- " -	45	с.-т.	3
Ртуть (Hg, суммарно)	- " -	0,0005	с.-т.	1
Свинец (Pb, суммарно)	- " -	0,03	- " -	2
Хром Cr ⁶⁺	- " -	0,05	с.-т.	3
Цинк Zn ²⁺	- " -	5,0	орг.	3
Селен (Se, суммарно)	- " -	0,01	- " -	2
Стронций Sr ²⁺	- " -	7,0	- " -	2
Сульфаты SO ₄ ²⁻	- " -	500	орг.	4
Хлориды Cl ⁻	- " -	350	орг.	4
Цианиды (CN ⁻)	- " -	0,035	- " -	2
Фториды F				
Нормативы ПДК для климатических районов				
- I и II	- " -	1,5	с.-т.	2
- III	- " -	1,2		2

Показатели	Единицы измерения	Нормативы, не более	Показатель вредности <1>	Класс опасности
Органические вещества				
Гамма-ГХЦГ (линдан)	- " -	0,002 <3>	с.-т.	1
ДДТ (сумма изомеров)	- " -	0,002 <3>	- " -	2
Бутилен	- " -	0,2	орг.	3
Этилен	- " -	0,5	орг.	3
Циклогексен	- " -	0,02	с.-т.	2
Бензол	- " -	0,01	с.-т.	2
Толуол	- " -	0,5	орг.	4
Спирт метиловый	- " -	3,0	с.-т.	2
Пиридин	- " -	0,2	с.-т.	2
Тиомочевина	- " -	0,03	с.-т.	2
Дифениламин	- " -	0,05	орг.	3
Кислоты нафтеновые	- " -	1,0	орг.	4
2, 4-Д - (2,4-дихлорфеноксиуксусная кислота)	- " -	0,03 <3>	- " -	2

Примечания:

<1> Лимитирующий признак вредности вещества, по которому установлен норматив: "с.-т." - санитарно - токсикологический, "орг." - органолептический.

<2> Величина, указанная в скобках, может быть установлена по постановлению главного государственного санитарного врача по соответствующей территории для конкретной системы водоснабжения на основании оценки санитарно - эпидемиологической обстановки в населенном пункте и применяемой технологии водоподготовки.

<3> Нормативы приняты в соответствии с рекомендациями Всемирной организации здравоохранения (ВОЗ).

Одним из важнейших обобщенных показателей является жесткость воды. Жесткость обуславливается присутствием в воде ионов кальция, магния и железа и анионов: гидрокарбонат, хлорид,

сульфат и нитрат. Повышенная жесткость характерна для артезианской воды, добываемой с больших глубин. Состав минеральных солей определяется геологическим строением верхних слоев литосферы в границах залегания подземных вод. Общая жесткость складывается из карбонатной или временной жесткости и некарбонатной или постоянной. Временная жесткость обусловлена содержанием гидрокарбонатов кальция, магния, и реже железа. Она устраняется кипячением воды. Постоянная жесткость определяется, в основном, содержанием сульфатов, хлоридов, нитратов кальция, магния, железа и не устраняется кипячением. Устранить некарбонатную жесткость можно только химическим путем или методом ионно-обменной адсорбции. Общая и временная жесткость воды определяется путем титрования пробы воды растворами точно известной концентрации, а постоянная рассчитывается по разнице между общей и временной жесткостью. Для питьевых целей целесообразно использовать воду средней жесткости (таблица 2.3). В промышленности используются чаще вода с низкой жесткостью.

Таблица 2.3

Жесткость воды

Характеристика воды по содержанию солей жесткости	Концентрация солей жесткости, мг/л	Жесткость воды, мг-экв/л
Мягкая	<17,1	<0,35
Средней жёсткости	60-120	1,2-2,4
Жёсткая	120-0180	2,4-3,6
Очень жёсткая	>180	>3,6

Аппаратура, посуда, реактивы.

- Вода дистиллированная
- весы аналитические НТР-220 СЕ.
- шкаф сушильный лабораторный ШС-150 с терморегулированием.
- плитка электрическая.
- цилиндр мерный 1-1000 мл, ГОСТ 1770.

- воронка лабораторная В-75-110ХС, ГОСТ 25336.
- колба мерная 2-50 мл, ГОСТ 1770.
- пипетка мерная 1-2-2-5, ГОСТ 25336.
- стакан химический термостойкий Н-1-250
- пробирка химическая П1-21-200.
- эксикатор.
- стаканчик для взвешивания (бюкс), СВ-19/9, ГОСТ 25336.
- фильтры бумажные обеззоленные “белая лента”, диаметром 7 см.
- кальций хлористый безводный.

Требования безопасности при пробоподготовке и анализе

При выполнении операций пробоподготовки и анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими веществами по ГОСТ 12.4.021.12.1.021

Задание:

1. Определить следующие показатели качества проб питьевой воды:

- величину рН с помощью универсального индикатора и на приборе «Мультитест» ;
- органолептические показатели питьевой воды - привкус, запах;
- окисляемость;
- жесткость;
- содержание ионов железа на качественном уровне,
- содержание сульфат-ионов, хлорид-ионов на количественном уровне.

2. Провести сравнительный анализ полученных результатов с гигиеническими нормативами качества .

3. Оформить отчет по работе.

Состав отчета.

1. Название, цель работы .
2. Ответы на контрольные вопросы.
3. Задание.

4. Описание принципов методик анализа питьевой воды.
5. Обработка результатов измерений.
6. Выводы.

Условия безопасного проведения работ

При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.4.021.

Содержание вредных веществ в воздухе рабочей зоны не должно превышать норм установленных ГОСТ 12.1.005.

Запрещается включать в сеть приборы и работать на них без заземления.

Помещение должно быть оборудовано приточно-вытяжной вентиляцией.

Исполнители должны быть проинструктированы о мерах безопасности в соответствии с инструкциями, прилагаемыми к приборам.

Все работы проводить в вытяжном шкафу или под местной вытяжкой.

Порядок выполнения работы.

1. Определение водородного показателя (рН)

1.1 Определение водородного рН с помощью универсального индикатора

В пробирку наливают 5 мл исследуемой воды, 0. 1 мл универсального индикатора, перемешивают и по окраске раствора оценивают величину рН по таблице 2.4.

Таблица 2.4

Соответствие окраски раствора и величины рН

Розово - оранжевая	рН около 5
Светло-желтая	рН – 6
Светло - зелёная	рН – 7
Зеленовато-голубая	рН – 8

2.1. Определение водородного показателя (рН) на приборе «Мультитест».

Прибор «Мультитест - ИПЛ-112» предназначен для определения рН и концентрации различных катионов и анионов в водной среде электрохимическим методом путем измерения ЭДС электродной системы или напряжения постоянного тока электрохимического датчика.

Принцип действия прибора основан на измерении сигналов первичных преобразователей, выполнения необходимых вычислений и преобразовании информации с последующим выводом результатов измерений на жидкокристаллический дисплей.

Для определения рН используется пара электродов:

измерительный электрод – стеклянный,

вспомогательный или электрод сравнения – хлорсеребряный,

датчик температуры подключается к разъему «ДТ»

Перед выполнением измерений рН необходимо провести градуировку по стандарт-титрам для рН-метрии. Из набора стандарт-титров выбирают два с таким расчетом, чтобы ожидаемое значение рН находилось между значениями рН стандартов. Например, для рН от 6 до 9 следует выбрать раствор с рН=6,86.

Порядок проведения градуировки и измерения подробно описан в руководстве по эксплуатации прибора.

2.2 Определение органолептических показателей питьевой воды- привкуса и запаха.

Привкус и запах питьевой воды определяются органолептически- с помощью органов чувств.

Определение запаха питьевой воды

Для определения запаха в чистую широкогорлую колбу объемом 100 мл наливают исследуемую воду на 2/3 объема, прикрывают стеклышком, осторожно взбалтывают. Затем, сдвинув с колбы стеклышко, определяют запах воды. Интенсивность запаха воды (при

20° С не должна превышать двух баллов) определяем по пятибалльной системе.

Интенсивность запаха воды определяют при 20 °С и оценивают по пятибалльной шкале согласно требованиям таблицы 2.5.

Таблица 2.5

Оценка запаха и привкуса питьевой воды

Интенсивность вкуса и привкуса, запаха	Характер проявления вкуса и привкуса	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности вкуса и привкуса, запаха балл
Нет	Вкус и привкус не ощущаются	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Вкус и привкус не ощущаются потребителем, но обнаруживаются при лабораторном исследовании	Запах не ощущается потребителем, но обнаруживается при лабораторном исследовании	1
Слабая	Вкус и привкус замечаются потребителем, если обратить на это его внимание	Запах замечается потребителем, если обратить на это его внимание	2
Заметная	Вкус и привкус легко замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о воде	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о воде	3
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от питья	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от питья	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильный, что делают воду непригодной к употреблению	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

Определение привкуса питьевой воды

Различают четыре основных вида вкуса: соленый, кислый, сладкий, горький.

Все другие виды вкусовых ощущений называются привкусами.

Характер вкуса или привкуса определяют ощущением воспринимаемого вкуса или привкуса (соленый, кислый, щелочной, металлический, привкус нефтепродуктов и т.д.). Испытываемую воду набирают в рот малыми порциями, не проглатывая, задерживают

3 - 5 с.

Интенсивность вкуса и привкуса определяют при 20 °С и оценивают по пятибалльной шкале согласно требованиям табл. 4.

2.3. Определение окисляемости воды (качественное с приближенной количественной оценкой).

Окисляемость - это величина, характеризующая содержание в воде органических и минеральных веществ, окисляемых (при определенных условиях) одним из сильных химических окислителей. Этот показатель отражает общую концентрацию органических веществ в воде. Природа органических веществ может быть самой разной - и гуминовые кислоты почв, и сложная органика растений, и химические соединения антропогенного происхождения. Перманганатная окисляемость выражается в миллиграммах кислорода, пошедшего на окисление этих веществ, содержащихся в 1 дм³ воды.

Оборудование и реактивы:

- пробирки,
- раствор H₂SO₄ (1:3),
- раствор 0, 01н КМпО₄

Методика выполнения измерения 5мл исследуемой воды прилить в пробирку, добавить 0, 3мл раствора H₂SO₄(1:3) и 0, 5мл 0, 01н раствора перманганата калия. Смесь перемешать, оставить на 20

минут. По цвету раствора оценить величину окисляемости по таблице 2.6.

Таблица 2.6

Соответствие окраски раствора и окисляемости

Окраска	Окисляемость (содержание органических веществ), мг/дм ³
Яркая лилово-розовая	1
Лилово-розовая	2
Слабая лилово-розовая	4
Бледная лилово-розовая	6
Бледная розовая	8
Розово-желтая	12
Желтая	16

2.4. Определение жесткости воды

Общая (Жо) и временная жесткость воды (Жвр) определяется путем титрования пробы воды растворами точно известной концентрации, а постоянная (Ж пост) рассчитывается по разнице между общей и временной жесткостью

$$Ж_{\text{пост}} = Ж_{\text{о}} - Ж_{\text{вр}} \quad (2.1)$$

Метод определения общей жесткости основан на образовании прочного комплексного соединения трилона Б (двунатриевая соль этилендиамина – тетрауксусной кислоты) с ионами кальция и магния в щелочной среде (рН=10). Среда создается путем добавления аммиачного буферного раствора $\text{NH}_4\text{OH} + \text{NH}_4\text{Cl}$. При реакции ионы водорода замещаются на ионы кальция и магния.

Индикатор хромоген черный дает с ионами Ca^{2+} и Mg^{2+} соединение винно-красного цвета, при исчезновении этих ионов он приобретает голубую окраску.

Оборудование и реактивы.

Колбы конические вместимостью 250см³, капельница, трилон Б (комплексон III, динатриевая соль этилендиамина тетрауксусной кислоты), аммоний хлористый, аммиак водный 25 %-ный раствор, спирт этиловый, хромоген черный специальный ET-00 (индикатор) хром темно-синий кислотный (индикатор).

Выполнение анализа

В коническую колбу на 250 мл вносят 100 мл исследуемой воды, прибавляют 5 мл буферного раствора и на кончике шпателя индикатора (хромогена черного). Раствор перемешивают и медленно титруют 0,05 н раствором трилона Б до изменения окраски индикатора от вишневой до синей.

Общую жесткость воды (Жо), мг экв/дм³, вычисляют по формуле
$$Жо = V \times 0,05 \times K \times 1000 / V,$$

где v - количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, см³;

0,05 – концентрация (нормальность) трилона Б

K — поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б, $K=1$;

V — объем воды, взятый для определения, см³,

1000 – коэффициент пересчета на 1 дм³.

Сравнить результат расчета с данными таблицы 2.3 и сделать вывод о жесткости пробы воды.

2.5 .Определение ионов железа

Оборудование и реактивы:

- NaOH 10%.,
- HCl-24%,
- ацетатный буферный раствор рН=4,5,
- раствор солянокислого гидроксиламина 10 %,
- раствор ортофенантролина 1%.

Методика выполнения измерения

К 10мл исследуемой воды прибавляют 1-2 каплю соляной кислоты до рН=4,5. Добавляют 4-5 капель раствора солянокислого гидроксилamina (около 0,2 мл). Перемешивают и добавляют поочередно 1 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 мл раствора орто-фенантролина . Раствор перемешивают и оставляют на 20 мин для полного развития окраски. Примерное содержание железа общего в мг/л находят по контрольной шкале методом визуального колориметрирования (таблица 8). Определяют видимое окрашивание при рассмотрении пробирки сверху вниз на белом фоне.

Таблица 2.7

Примерное содержание ионов железа

Окраска	Содержание мг/дм ³
Отсутствие	менее 0,05
Едва заметное желтовато-розовое	от 0,05 до 0,1
Слабое желтовато-розовое	от 0,1 до 0,3
Желтовато-розовое	от 0,3 до 0,7
Желтовато-красное	от 0,7 до 1,5

Используя таблицу 2.7 сделать вывод о содержании железа в пробе воды.

2.6. Определение сульфатов (качественное определение с приближённой количественной оценкой.)

Оборудование и реактивы:

- штатив лабораторный с пробирками,
- пипетки 5 и 10 см³ с делениями на 0,1 см³,
- колбы мерные,
- палочки стеклянные,
- воронки стеклянные,
- HCl (1:5),
- BaCl₂ (5%),
- вода дистиллированная.

Приготовление 5 %-ного раствора хлористого бария :

5 г $BaCl_2$ растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см^3 .

Методика качественного определения сульфат- ионов SO_4^{2-} к 5 мл воды добавить 4 капли 10% раствора соляной кислоты HCl и 4 капли 5% раствора хлорида бария $BaCl_2$. Образуется осадок или муть $Ba^{2+} + SO_4^{2-} = BaSO_4$.

Таблица 2.8

Соответствие характеристики осадка и содержания сульфатов

Характеристика осадка	Содержание SO_4^{2-} , мг/дм ³
Слабая муть	1-10
Сильная муть	10-50
Хлопья	50-100
Белый творожистый осадок	> 100

Используя таблицу 9 сделать вывод о содержании сульфатов в пробе.

2.7. Определение содержания хлорид-иона в питьевой воде титрованием азотнокислым серебром

Сначала проводится качественная оценка содержания хлорид-ионов методом осаждения, затем количественная- титрованием .

Аппаратура, материалы и реактивы :

- пипетки 100, 50 и 10 см^3 без делений; пипетка 1 см^3 с делением через $0,01\text{ см}^3$;

-цилиндр мерный 100 см^3 ;

бюретка 25 см^3 со стеклянным краном;

- колбы конические по ГОСТ 25336, вместимостью 250 см^3 ;

- воронки стеклянные по ГОСТ 25336;

- фильтры беззольные «белая лента»;

- серебро азотнокислое по ГОСТ 1277;

- калий хромовокислый по ГОСТ 4459;

- аммиак водный по ГОСТ 3760, 25 %-ный раствор.

- вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

Все реактивы, используемые для анализа, должны быть квалификации «чистые для анализа» (ч. д. а.).

Подготовка к анализу

Приготовление титрованного раствора азотнокислого серебра.

2,40 г химически чистого AgNO_3 растворяют в дистиллированной воде и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм^3 .

1 см^3 раствора эквивалентен 0,5 мг Cl^- .

Раствор хранят в склянке из темного стекла.

Приготовление 10%-ного раствора (подкисленного азотной кислотой) азотнокислого серебра

10 г AgNO_3 растворяют в 90 см^3 дистиллированной воды и добавляют 1-2 капли HNO_3 .

Приготовление 5 %-ного раствора хромовокислого калия

50 г K_2CrO_4 растворяют в небольшом объеме дистиллированной воды и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1 дм^3 .

Качественное определение хлорид-ионов

В колориметрическую пробирку наливают 5 см^3 воды и добавляют три капли 10 %-ного раствора азотнокислого серебра. Примерное содержание хлор-иона определяют по осадку или мути в соответствии с таблицей 2.9.

Таблица 2.9

Соответствие характеристики осадка и содержания хлоридов

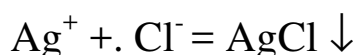
Характеристика осадка или мути	Содержание Cl^- , мг/ дм^3
Опалесценция или слабая муть	1-10
Сильная муть	10-50
Образуются хлопья, осаждаются не сразу	50-100
Белый объемный осадок	Более 100

По таблице 2.9 определить ориентировочное содержание хлорид-ионов в пробе воды

Количественное определение хлорид-ионов

Метод основан на осаждении хлорид-иона в нейтральной или слабощелочной среде азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую. Точность метода 1-3 мг/дм³.

В зависимости от результатов качественного определения отбирают 100 см³ испытуемой воды или меньший ее объем (10-50 см³) и доводят до 100 см³ дистиллированной водой. Без разбавления определяются хлориды в концентрации до 100 мг/дм³. рН титруемой пробы должен быть в пределах 6-10. Если вода мутная, ее фильтруют через беззольный фильтр, промытый горячей водой. Отмеренный объем воды вносят в две конические колбы и прибавляют по 1 см³ раствора хромовокислого калия. Одну пробу титруют раствором азотнокислого серебра до появления слабого оранжевого оттенка, вторую пробу используют в качестве контрольной пробы. При значительном содержании хлоридов образуется осадок AgCl, мешающий определению. В этом случае к оттитрованной первой пробе приливают 2-3 капли титрованного раствора NaCl до исчезновения оранжевого оттенка, затем титруют вторую пробу, пользуясь первой, как контрольной пробой.



Обработка результатов.

Содержание хлор-иона (X), мг/дм³, вычисляют по формуле

$$X = \frac{v \cdot K \cdot g \cdot 1000}{V} \quad (2.2)$$

где v - количество раствора азотнокислого серебра, израсходованное на титрование, см³;

K - поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра, принимаем $K = 1$

g - количество хлор-иона, соответствующее 1 см³ раствора азотнокислого серебра (0,5мг);

V - объем пробы, взятый для определения, см^3 .

Расхождения между результатами повторных определений при содержании Cl^- от 20 до 200 мг/дм^3 - 2 мг/дм^3 ; при более высоком содержании - 2 отн. %.

Сделать вывод о содержании хлорид-ионов в пробе воды.

Сделать вывод о соответствии определенных показателей качества исследованных проб воды санитарно-гигиеническим нормативам.

Контрольные вопросы

1. Какие группы показателей качества питьевой воды выделяют и какие свойства воды они характеризуют? Приведите примеры.
2. Какие минеральные соли могут содержаться в питьевой воде?
3. Что такое общая жесткость воды? Наличием каких ионов определяется временная и постоянная жесткость? Как уменьшить содержание солей жесткости?
4. Опишите принципы методов качественной и количественной оценки показателей качества воды, используемые в данной лабораторной работе
5. Какие химические реакции лежат в основе определения ионов Fe^{+3} , Fe^{+2} , SO_4^{-2} , Cl^- ?
6. По какой формуле проводится расчет концентрации ионов в пробах воды?
7. Соответствуют ли исследованные пробы воды установленным санитарными нормами и правилами показателям качества?

Лабораторная работа № 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ МАССОВОЙ ДОЛИ ПОДВИЖНЫХ ФОРМ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПРИРОДНОЙ ВОДЕ МЕТОДОМ ИНВЕРСИОННОЙ ВОЛЬТАМПЕРОМЕТРИИ

Цель работы:

-изучить метод инверсионной вольтамперометрии, устройство и принцип работы анализатора вольтамперометрического АКВ-07 МК;

- провести исследование заданных растворов на содержание тяжелых металлов.

Теоретическая часть

Вольтамперометрия - электрохимический метод анализа, основанный на определении зависимости между силой тока, протекающего через ячейку, и значением потенциала, приложенного к электродам. При линейном возрастании потенциал со временем приобретает значение, при котором начинается электрохимическая окислительно-восстановительная реакция на электроде, поэтому наблюдается увеличение величины силы тока.

Вольтамперометрический метод основан на изучении вольтамперограмм, полученных с любым индикаторным электродом. Различают несколько видов индикаторных электродов :вращающийся , стационарный, платиновый , графитовый, стационарный или статический ртутный. Капающий ртутный электрод в данном методе не применяется.

Инверсионная вольтамперометрия – современный высокочувствительный и экспрессный метод анализа. Данный метод позволяет анализировать геохимические, биологические, медицинские, фармацевтические и другие объекты, чаще всего его используют для определения следов тяжелых металлов в водах и биологических материалах. Так, например, вольтамперометрические методики одновременного определения Cu, Cd и Pb, а также Zn и Pb или Tl в питьевой воде включены в ряд российских и международных стандартов. Важным достоинством вольтамперометрии является возможность идентифицировать формы нахождения ионов металлов в водах. Это позволяет оценивать качество воды, так как разные химические формы существования металлов обладают разной степенью токсичности. Для ряда элементов метод конкурирует со многими спектральными методами

Инверсионно –вольтамперометрический метод основан на способности анализируемого элемента электрохимически накапливаться на поверхности индикаторного (рабочего) электрода и растворяться в процессе анодной или катодной поляризации при

определенном потенциале, характерном для каждого элемента. Ток, проходящий через ячейку анализатора с исследуемым раствором, зависит от массовой доли элемента, содержащегося в растворе и потенциала.

Электролитическое накопление вещества из разбавленного раствора в большинстве случаев проводится при постоянном потенциале, который выбирается таким образом, чтобы требуемая электродная реакция протекала с достаточной скоростью. Раствор во время электролиза перемешивается, чтобы осуществлялся постоянный перенос деполяризатора из раствора. Для стационарных электродов по истечении определенного времени перемешивание прекращается и раствор успокаивается. За этот период поток вещества к электроду уменьшается, и соответственно величина электролитического тока также быстро падает до величины стационарного диффузионного тока. После стадии успокоения проводится растворение выделенного вещества.

При исследовании зависимости тока от электродного потенциала, меняющегося линейно со временем, результирующая поляризационная кривая имеет вид пика, положение которого характеризует данное вещество, а его высота (или площадь) пропорциональна концентрации вещества в растворе при поддержании постоянных условий предэлектролиза.

Для проведения измерений необходимо предварительное концентрирование определяемого компонента, которое осуществляется за счет его перевода из большого объема раствора с малой концентрацией на поверхность или в малый объем электрода. Этот перевод осуществляется за счет протекания соответствующей электрохимической реакции или за счет процесса адсорбции. После накопления на поверхности или в объеме электрода определяемое вещество подвергается электрохимическому превращению (восстановлению или окислению), причем этот процесс можно проводить в разных режимах.

Электрохимическая ячейка в ИВА представляет собой трехэлектродную ячейку. Она состоит из

- 1-электрода сравнения,
- 2- индикаторного (рабочего/измерительного) электрода,
- 3- вспомогательного электрода.

Электрод сравнения (хлорсеребряный ЭВЛ-1М4) предназначен для контроля потенциала рабочего электрода. Для заполнения и хранения этого электрода готовят насыщенный раствор KCl и хранят в этом растворе. Поскольку площадь поверхности индикаторного электрода значительно меньше площади поверхности электрода сравнения, плотность тока на нем во много раз больше, поэтому при включении развертки он поляризуется. К материалу индикаторного электрода предъявляются достаточно высокие требования:

- 1- электрохимическая инертность в широкой области потенциалов;
- 2- высокие значения перенапряжения выделения кислорода и водорода;
- 3- низкие значения остаточного тока и омического сопротивления;
- 4- возможность простой регенерации поверхности.

Рабочий электрод предназначен для концентрирования определяемого вещества и получения аналитического сигнала. Он состоит из тефлонового корпуса, латунного электрического контакта и рабочей поверхности в форме диска, выполненной из Au, Ag или стеклоуглерода. После окончания измерений рабочий электрод многократно промывают дистиллированной водой и протирают фильтровальной бумагой, смоченной в этиловом спирте.

Вспомогательный электрод служит токоотводом от индикаторного электрода и предназначен для измерения тока, проходящего через рабочий электрод. В качестве вспомогательного электрода используется тигель с анализируемым раствором. Процесс вольтамперометрического определения содержания элементов в инверсионном режиме включает в себя:

- электрохимическую очистку измерительного (рабочего) электрода;
- электрохимического накопление элемента на измерительном электроде;
- электрорастворение накопленного элемента при развертке потенциала в заданном режиме.

Устройство анализатора

Анализатор состоит из электрохимической ячейки, потенциостата, управляемого микропроцессором, и персональной ЭВМ. Упрощенная схема анализатора вольтамперометрического представлена на рис.3.1

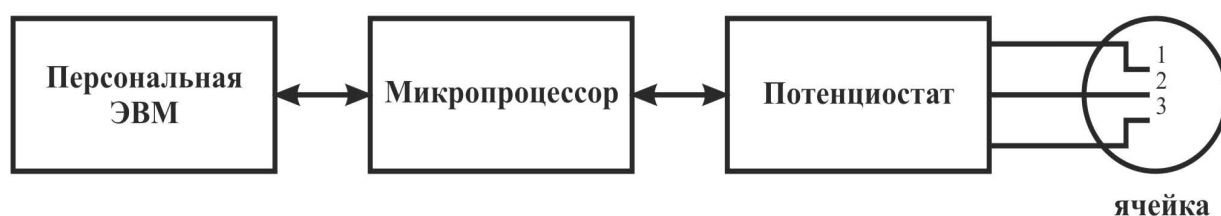


Рис.3.1 Схема работы вольтамперометрического анализатора.

Проверка чистоты электрохимической ячейки является обязательной операцией

Массовую концентрацию элемента в растворах проб после их минерализации определяют **методом «стандартных добавок»**, который основан на получении циклов вольтамперограмм при одних и тех же параметрах серии растворов. Одна серия состоит из:

- 1- фонового электролита;

- 2- исследуемой пробы;
- 3- исследуемой пробы, в которую внесены добавки измеряемого элемента с известной концентрацией.



Рис. 3.2. Передняя панель вольтамперметрического анализатора АКВ-07МК (вспомогательный электрод не установлен).

Раствор- добавку вводят несколько раз , но суммарный объем всех добавок не должен превышать 10% от первоначального объема пробы в ячейке.

Для обеспечения точности анализов применяются государственные стандартные образцы состава (ГСО), которые представляют собой запаянный в стеклянную ампулу раствор точной навески вещества , т.е. эталонный раствор с установленной концентрацией того или иного химического элемента (иона).

В системе единства измерений ГСО предназначены для:

- Поверки, калибровки, градуировки средств измерений (СИ), а также контроля метрологических характеристик при проведении испытаний, в том числе с целью утверждения типа;
- Метрологической аттестации методик выполнения измерения (МВИ);
- Контроля погрешностей МВИ в процессе их применения в соответствии с установленными в них алгоритмами, а также для других видов метрологического контроля.

Порядок использования ГСО излагается в инструкциях по их применению. В комплект поставки каждого стандартного образца входит обязательный паспорт (или свидетельство) с указанием его метрологических характеристик и, как правило, инструкция по его применению.

Задание:

- ознакомиться с порядком работы на анализаторе вольтамперометрическом АКВ-7;
- провести исследование 3-х проб воды на содержание кислоторастворимых форм ионов Pb, Cd, Cu, Zn, Bi;
- оформить отчет по работе;
- подготовить ответы на контрольные вопросы.

Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

Анализатор вольтамперометрический АКВ-07 МК по ТУ 4215-001-18294344).

Государственные стандартные образцы состава растворов ионов кадмия (ГСО 5222), свинца (ГСО 6077), меди (ГСО 6073), цинка (ГСО 6064), висмута (ГСО 6065). Массовая концентрация ионов металлов в стандартных образцах $1,0 \text{ мг/см}^3$ и относительная погрешность концентрации не более 1%.

При отсутствии стандартных образцов допускается использование стандартных растворов, приготовленных согласно ГОСТ 4212.

Весы лабораторные общего назначения с метрологическими характеристиками по ГОСТ 24104 с наибольшим пределом взвешивания 200г.

Колбы мерные наливные 2-50-2, 2-100-2, 2-1000-2, ГОСТ 1770.

Цилиндры мерные 1-10, 1-25, 1-50, ГОСТ 1770.

Пробирки мерные вместимостью 20 см³, ГОСТ 1770.

Пипетки мерные 4(5)-2-1, 4(5)-2-2, 6(7)-2-5, 6-2-10, 3-2-20, 3-2-25 по ГОСТ 20292.

Вспомогательные устройства

Шкаф сушильный лабораторный с регулятором температуры 40-150°С по ТУ 16-531-639.

Аппарат для приготовления бидистиллированной воды (стеклянный) АСД-4 по ГОСТ 15150, ТУ 25-1173.103-84.

Баня водяная лабораторная с электрическим обогревом.

Плитка электрическая с закрытой спиралью по ГОСТ 14919.онические: КН-1-250-29/32 ТС по ГОСТ 25336.

Воронки фильтрующие: ВФ-1-32 ПОР 40 ТХС, В-25-38 ХС, В-36-50 ХС по ГОСТ 25336.

Чашки выпарительные вместимостью 20-50 см³ кварцевые по ГОСТ 19908 или фарфоровые лабораторные № 3-5 по ГОСТ 9147.

Стаканы термостойкие: В-1-5 ТС, В-1-150 ТС по ГОСТ 25336.

Палочки из стекла по ГОСТ 21400.

Штатив химический лабораторный по ТУ 64-1.707.

Щипцы тигельные ЩТ по ТУ 64-1.973.

Кислота азотная, ГОСТ 11225 ($d = 1,42 \text{ г/см}^3$).

Калий (натрий) хлористый, ГОСТ 4234.

Спирт этиловый ректификат, технический, ГОСТ 18300.

Кислота хлористоводородная, ГОСТ 14261 ($d = 1,19 \text{ г/см}^3$).

Ртуть (II) азотнокислая, одноводная, ГОСТ 4520.

Магния оксид, ГОСТ 4526.

Магний азотнокислый, 6-водный, ГОСТ 11088.

Калий азотнокислый, ГОСТ 4217.

Калий дихромат, ГОСТ 4220.

Кислота серная, ГОСТ 4204.

Фильтры обеззоленные, «синяя лента».

Условия выполнения измерений

1. При подготовке к выполнению измерений и выполнении измерений соблюдают следующие условия:

температура окружающего воздуха, °С 25 ± 10

атмосферное давление, кПа 86 – 101 (760 ± 30 мм рт.ст.)

относительная влажность воздуха, % 65 ± 15

частота питающей сети, Гц $50 \pm 0,5$

напряжение питания в сети В 220 ± 10

Приготовление растворов

Приготовление основных растворов ионов кадмия, свинца, меди и цинка

Приготовление основного стандартного раствора свинца с концентрацией 100 мг/дм³.

Вскрывают стеклянную ампулу стандартного образца состава раствора (ГСО) иона свинца с концентрацией 1,0 мг/см³, выливают в сухой стакан; 5,0 см³ раствора с помощью пипетки вместимостью 5,0 см³ переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³ и доводят до метки бидистиллированной водой.

Основные растворы ионов кадмия, меди, цинка и висмута готовятся аналогично.

Объем основных растворов и мерных колб, массовая концентрация исходных и приготовленных растворов ионов кадмия, свинца, меди и цинка и другие необходимые сведения приведены в таблице 3.1.

Приготовление аттестованных смесей (АС) растворов ионов кадмия, свинца, меди, цинка и висмута

Концентрация исходного раствора для приготовления АС, мг/дм ³	Объем исходного раствора для приготовления АС, см ³	Объем мерной колбы, см ³	Концентрация приготовленного раствора АС, мг/дм ³
100	5	50	10,0
100	1	100	1,0

Установка, включение и подготовка прибора к выполнению измерений

Принцип работы прибора основан на зависимости величины тока окисления (восстановления) определяемого вещества от его концентрации в пробе.

Анализатор состоит из электрохимической ячейки (трехэлектродная), потенциостата, управляемого микропроцессором, и персональной ЭВМ.

Порядок работы.

Подключают анализатор к сети, включают нажатием кнопки на задней панели. После проведения анализатором автотеста на дисплее прибора должна появиться надпись «Тест прошел». В узел электрохимической ячейки устанавливают рабочий электрод, соответствующий измеряемому элементу и электрод сравнения, наливают в тигель 20 см³ фонового электролита и устанавливают тигель на лапке-держателе.

Запустить программу «Polar».

Выбирают поочередно пункты:

- 1- новое измерение
- 2- список методик для определяемого компонента
- 3-ввод параметров (таблица 3.2)

4- измерение (количество циклов, фон, проба, проба с добавкой – таблица 12)

5- обработка результатов.

Параметры работы прибора АКВ устанавливают в соответствии таблицей 3.2.

Заполняют хлорсеребряный электрод сравнения насыщенным раствором хлористого калия за 48 часов до начала работы.

Устанавливают электрохимическую ячейку в соответствии с руководством по эксплуатации анализатора.

Таблица 3.2

Параметры измерений при регистрации вольтамперограмм

Наименование параметров	Режим
Ячейка	3-х электродная
Вид полярографии	Переменно-токовая инверсионная
Потенциал накопления, В Zn, Cd, Pb, Cu Cd, Pb, Cu	-1,3 -0,9
Амплитуда развертки, В Zn, Cd, Pb, Cu Cd, Pb, Cu	1,45 – 1,50 1,05 – 1,10
Диапазон тока	В зависимости от концентрации определяемого иона в пробе
Потенциал электрохимической очистки рабочего электрода, В	0,0
Время электрохимической очистки электрода, сек.	Равно времени накопления
Время накопления, сек (в зависимости от содержания иона)	не менее 60
Амплитуда переменного напряжения, мВ	от 3 до 30
Скорость линейной развертки потенциала, мВ/сек	20-50
Направление развертки	Анодное (положительное)
Потенциал аналитического пика растворения, В (ориентировочное значение)	Zn Cd Pb Cu (-1.0) (-0.6) (-0.4) (-0.05)

Выполнение измерений

Подготовка проб к анализу.

Измерения массовой концентрации ионов меди, свинца, кадмия и цинка выполняются в одной пробе. При проведении анализов одновременно готовят две параллельных пробы.

Подготовка проб питьевой и природной пресной воды.

Пробу подготовленного к испытанию образца воды объемом 100 см³ переносят в выпарительную чашку, добавляют 1–2 см³ концентрированной азотной кислоты. Содержимое чашки упаривают до «влажных солей». Если остаток темный, кислотную обработку повторяют до его осветления.

Раствор пробы, подготовленной к выполнению измерений: раствор, полученный в результате полной минерализации пробы, охлаждают и количественно переносят в мерную пробирку вместимостью 25 см³ через бумажный фильтр, увлажненный раствором фонового электролита. Раствор доводят до метки фоновым электролитом.

Выполнение измерений массовой концентрации ионов меди, свинца, кадмия и цинка в подготовленных пробах включает основные операции, отраженные в таблице 3.3.

Таблица 3.3

Основные операции по выполнению измерений

№ операции	Наименование основной операции выполнения измерений
1	Регистрация вольтамперограмм "фоновой" пробы
2	Регистрация вольтамперограмм проб
3	Регистрация вольтамперограмм проб с добавками растворов соответствующих ионов
4	Очистка электродов

Серия измерений пробы: («фоновый» опыт – проба – проба со всеми добавками) выполняется при параметрах измерений, установленных для каждого измеряемого иона.

Регистрация вольтамперограмм «фоновой» пробы.

В стеклоуглеродный тигель электрохимической ячейки помещают 20 см³ фонового электролита.

Закрепляют тигель.

Устанавливают потенциал электрохимической очистки рабочего электрода в соответствии с таблицей 3.1 и в течение не менее 60 секунд не регистрируя вольтамперограммы производят электрохимическую очистку электрода. Выключают ячейку.

Устанавливают параметры измерений (потенциал накопления, амплитуду развертки, диапазон тока и время накопления) в соответствии с рекомендациями табл.10

Включают ячейку, регистрируют вольтамперограммы и выключают ячейку.

Примечание: в случаях измерения в пробах воды массовой концентрации ионов меди, свинца и кадмия рекомендуется установить потенциал накопления (-0,9 В) и соответственно амплитуду развертки 1,05-1,10 В.

Устанавливают потенциал очистки электрода 0,0 В, включают ячейку, выполняют электрохимическую очистку электрода в течение времени, равном времени накопления и выключают ячейку.

Цикл операций повторяют не менее трех раз.

Электрохимическая очистка электрода обязательна после записи каждой вольтамперограммы.

. Результаты измерений (регистрация вольтамперограмм раствора «холостой» пробы и условия выполнения всех измерений) записываются в программном интерфейсе системы сбора и обработки данных (самописец).

Регистрация вольтамперограмм раствора пробы.

В стеклоуглеродный тигель помещают 20 см³ раствора пробы, подготовленной к измерениям.

Закрепляют тигель.

Выполняют операции при значениях параметров измерений, значения потенциалов пика окисления определяемых металлов являются качественной характеристикой элемента; их ориентировочные значения приведены в таблице 2

Регистрация вольтамперограмм пробы с добавками.

Добавку растворов определяемых ионов пипеткой вносят в тигель с пробой после регистрации вольтамперограмм пробы и очистки электрода.

Объем и концентрация добавляемых в ячейку растворов АС (табл. 1) устанавливаются экспериментально для каждой пробы таким образом, чтобы высота аналитического пика измеряемого иона при регистрации вольтамперограмм пробы с добавкой увеличилась в 1,5–3 раза при значениях параметров, установленных при регистрации вольтамперограмм пробы.

Суммарный объем всех растворов АС, добавленных в ячейку, не должен превышать 10% от объема пробы.

Регистрацию вольтамперограмм в серии измерений: «фон», проба и проба с добавками соответствующего иона выполняют при одинаковых параметрах измерений для каждого иона. Вид На мониторе ПК вольтамперограммы представляются в виде кривых (рис. 3.1, 3.2).

В первую очередь выполняют измерения массовой концентрации ионов свинца, кадмия и цинка. Для этого в пробу вводят добавки растворов соответствующих ионов (табл.12) и выполняют операции.

Измерение массовой концентрации ионов меди в пробе с добавками обычно проводят после того, как выполнена регистрация вольтамперограмм.

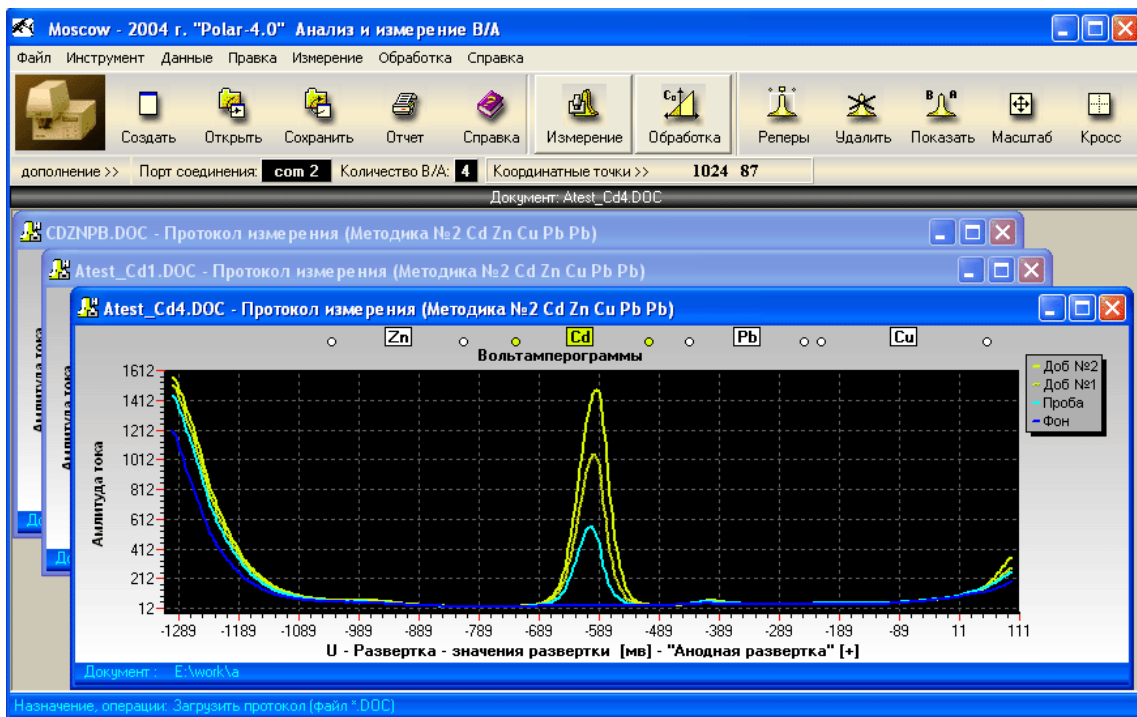


Рис. 3.3 Вид вольтамперограммы

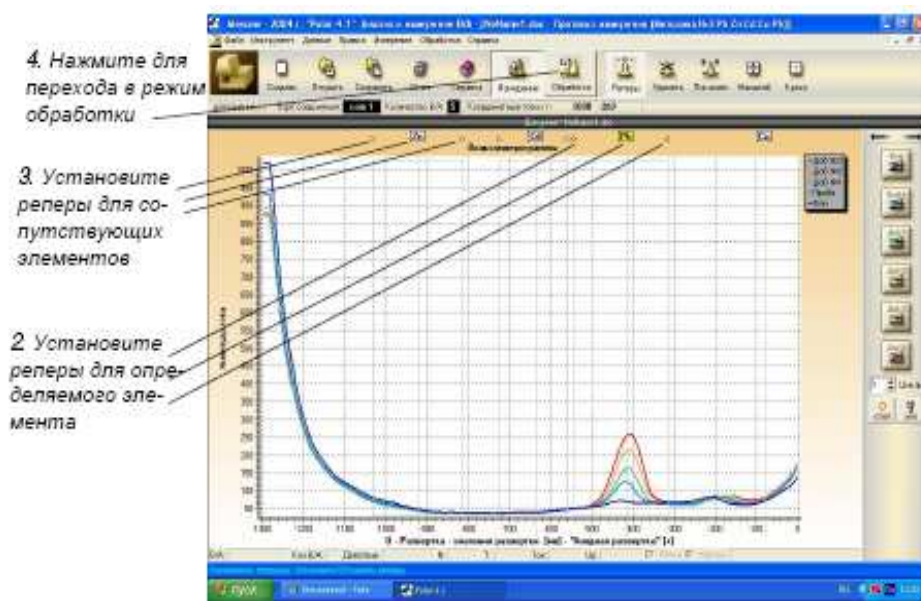


Рис.3.4. Установка реперов для определяемого элемента.

В данном примере зарегистрированы вольтамперограммы для фонового раствора, раствора пробы, раствора пробы с добавками №№ 1-3. Определяемый элемент – свинец, сопутствующие элементы не определялись.

Очистка электродов.

После проведения серии анализов или в конце работы ячейку и электроды тщательно промывают бидистиллированной водой, рабочие электроды механически очищают сухой фильтровальной бумагой, затем бумагой, смоченной этанолом, вспомогательный (хлорсеребряный) электрод ополаскивают раствором хлористоводородной кислоты, промывают бидистиллированной водой и помещают в насыщенный раствор хлористого калия.

Регистрация измерений

Результаты измерений выполненных серий регистрируются в соответствии с руководством по эксплуатации и могут быть выведены на дисплей или принтер, сформированы в отчеты и протоколы испытаний.

Форма представления результатов измерений

Результаты анализа регистрируются в виде протокола в программном интерфейсе системы сбора и обработки данных (рис. 3.5).

Протокол измерений [Отчет №1]

Анализированная в пробе элемент: **Pb-Свинец**

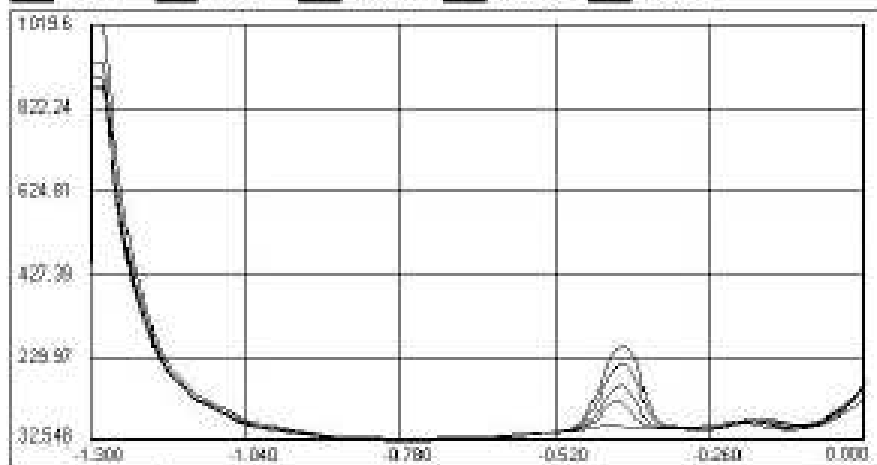
Общие сведения:

1. Дата измерения: 04.04.2000
2. Время измерения: 10:55:24
3. Номер пробы: №12
4. Объект анализа: огневая вода
5. Телефон: (495) 105-72-30
6. Факс: (495) 105-72-30
7. И.О.Ф.: лаборатория Петров В.С.
8. Адрес: 119421 Москва, ул. Новаторов, 7а

1. Графики вольтамперометрических сканов

Параметры скана:

"Фон"
 "Трасса"
 "Доб №1"
 "Доб №2"
 "Доб №3"



По оси X - значение ΔE развертки в вольтах
 По оси Y - значение I (плотность тока в относительных ед.

2. Параметры измерения скана

Наименование параметра измерения	Единицы измерения	Значение
1. Потенциал насыщения	вольт	-1.300
2. Время на потенциал	сек	50.000
3. Амплитуда первичного напряжения	вольт	20.000
4. Скорость развертки	вольт/сек	50.000
5. Амплитуда развертки	вольт	1.300
6. Диаметр тока	мА	1.000.000
7. Потенциал в инверсионно-анодной области	вольт	0.000
8. Объем пробы в ячейке измерения	см ³	20.000
9. Направление развертки	+	[+]
10. Концентрация добавки стандартного раствора	мг/Дм ³	20.000
11. Объем раствора добавки №1	см ³	0.040
12. Объем раствора добавки №2	см ³	0.040
13. Объем раствора добавки №3	см ³	0.040
14. Объем раствора добавки №4	см ³	0.000
15. Вид пробы	-	Жидкая

3. Комментарий к измерению

..... Бланк

1. Дата проведения измерений _____
2. Название предприятия _____
3. Адрес предприятия _____
4. Название объекта анализа _____
5. Проверенный специалист _____
6. Средства проверки _____
7. Условия проведения анализа _____
8. Разработчик (или исполнитель) _____

Заключение по проведенным измерениям

Ф.И.О. проводящего измерение _____ Подпись _____ " " 1996г.

Проверенный специалист "ЯНФ Альянс"

Рис. 3.5 Пример оформления протокола измерений содержания тяжелых металлов методом инверсионной вольтамперометрии.

Контрольные вопросы.

1. В чем состоит принцип метода вольтамперометрии?
2. Назовите виды индикаторных электродов.
3. Для каких целей и объектов применяется метод инверсионной вольтамперометрии?
4. К чему сводится процесс вольтамперометрического определения содержания элементов в инверсионном режиме?
5. Какие электроды входят в состав электрохимической ячейки, каково их назначение?
6. С какой целью применяются государственные стандартные образцы состава (ГСО) ?
7. Какие сведения вносят в акт отбора пробы для анализа?
8. Какие подготовительные операции необходимо выполнить перед проведением измерения на приборе АКВ?
9. Какие основные операции проводят при выполнении измерений на приборе АКВ?
10. Какими способами и с какой целью проводится очистка электрода?
11. На чем основан метод стандартных добавок?

Лабораторная работа № 4

ИССЛЕДОВАНИЕ МУТНОСТИ ПРОБ ВОДЫ МЕТОДОМ ФОТОЭЛЕКТРОКОЛОРИМЕТРИИ С ПОСТРОЕНИЕМ ГРАДУИРОВОЧНОГО ГРАФИКА

Цель работы:

- освоить методику количественного определения мутности воды методом фотоэлектроколориметрии с построением градуировочного графика;

-определить мутность пробы воды.

Мутность воды— показатель, характеризующий уменьшение прозрачности воды в связи с наличием неорганических и органических тонкодисперсных взвесей, а также развитием планктонных организмов. Причинами мутности воды может быть

наличие в ней песка , глины, неорганических соединений (гидроксида алюминия , карбонатов различных металлов), а также органических примесей или живых существ, например бактерий, фито- или зоопланктона . Также причиной может быть окисление соединений железа и марганца кислородом воздуха, что приводит к образованию коллоидов.

Мутность питьевой воды нормируется в основном из-за того, что мутная вода защищает микроорганизмы при ультрафиолетовом обеззараживании и облегчает рост бактерий, а также из эстетических соображений. Например, ВОЗ мутность с точки зрения влияния на здоровье не нормирует, с точки зрения внешнего вида рекомендует мутность не выше 5 NTU, а с точки зрения обеззараживания — не выше 1 NTU.

Норматив мутности питьевой воды приведен в таблице 2 (см. лабораторную работу №1)

Метод фотоэлектроколориметрии применяется для количественного определения

оптической плотности прозрачных растворов, а также для определения концентрации веществ в растворах после предварительной градуировки .

Принцип действия фотоэлектроколориметра (фотометра) основан на сравнении потока излучения, прошедшего через «холостую» пробу и потока излучения, прошедшего через исследуемый раствор. «Холостая» проба - это растворитель или контрольный раствор, по отношению к которому производится измерение. Потoki излучения преобразуются в электрические сигналы, которые обрабатываются встроенной микро-ЭВМ и выводятся на индикатор в виде коэффициента пропускания, оптической плотности, концентрации. В данной лабораторной работе используется прибор фотоэлектроколориметр (фотометр) КФК-3-01 (рис.4.1 ,рис.4.2)

Мутность воды определяют фотометрическим путем сравнения проб исследуемой воды со стандартными суспензиями коалина или формазина. Результаты измерений выражают в мг/дм³ (при

использовании основной стандартной суспензии каолина) или в ЕМФ/дм³ (единицы мутности на дм³ при использовании основной стандартной суспензии формазина).

Определение мутности производят не позднее, чем через 24 ч после отбора пробы.

Проба может быть законсервирована добавлением 2 - 4 см³ хлороформа на 1 дм³ воды.

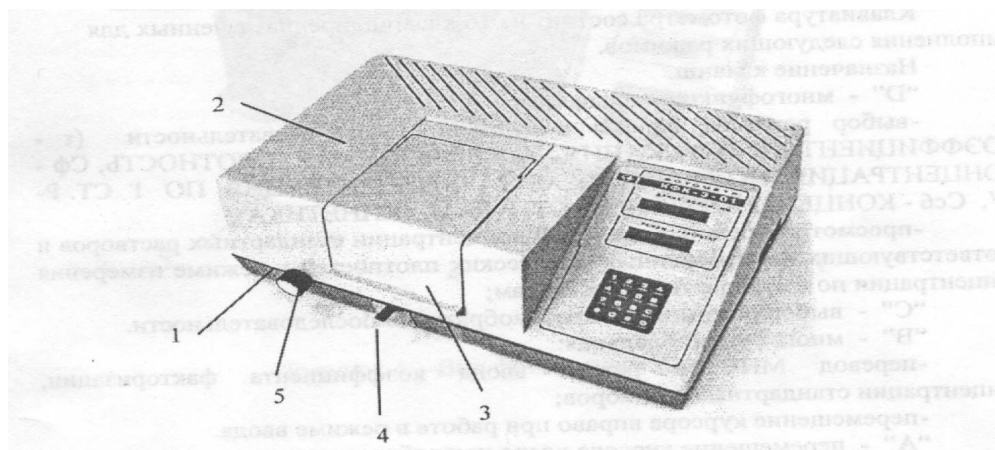


Рис.4.1 Общий вид фотометра КФК-3-01

1- металлическое основание, 2- кожух, 3- кюветное отделение со съемной крышкой, 4- ручка перемещения кюветы, 5-ручка поворота дифракционной решетки и установки длины волны.

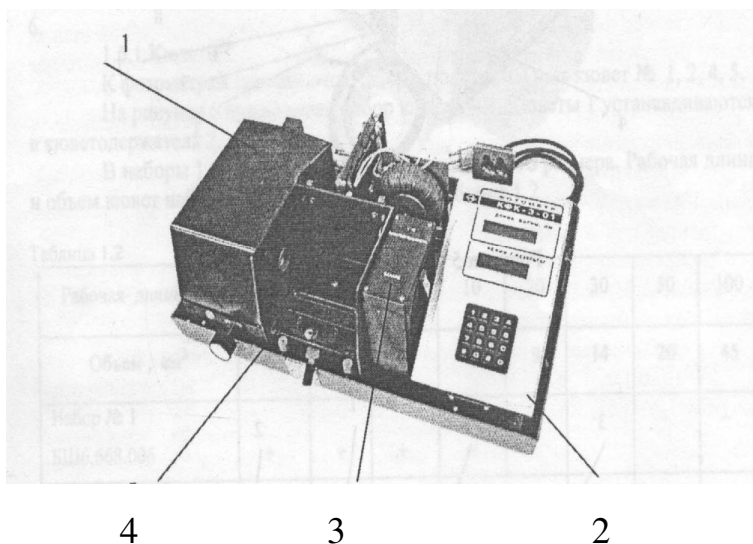


Рис.4.2 Вид фотометра без кожуха

1-монохроматор, 2- микропроцессор, 3- карман с фотоприемным устройством и крышкой, 4- кюветной отделение.

Монохроматор 1 предназначен для выделения излучения заданного спектрального состава и состоит из корпуса, узла входной щели, сферического зеркала, дифракционной решетки, узла выходной щели и синусного механизма.

Задание.

1. Ознакомиться с устройством и порядком работы на приборе КФК-3-01 .
2. Подготовить стандартные растворы и построить градуировочный график.
3. Произвести расчет коэффициента факторизации F
4. Определить мутность подготовленных проб воды путем определения оптической плотности и использования F.
5. Составить отчет о работе.

Аппаратура, материалы, реактивы:

- фотоэлектроколориметр КФК-3-01 с зеленым светофильтром 530 нм;
- весы лабораторные по ГОСТ 24104-80, класс точности 1, 2;
- шкаф сушильный;
- пипетки мерные по ГОСТ 20292-74, вместимостью 25, 100 см³;
- пипетки мерные по ГОСТ 20292-74, вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ с делениями на 0,1 см³;
- цилиндры мерные по ГОСТ 20292-74, вместимостью 500 и 1000 см³;
- вода дистиллированная по ГОСТ 6709-72 и бидистиллированная.

Подготовка стандартных растворов.

Приготовление основной стандартной суспензии из формазина

Приготовление основной стандартной суспензии формазина , содержащей 40 ЕМФ в 1 см³ раствора.

Раствор готовится из государственного стандартного образца состава (ГСО) с концентрацией 4000 ЕМФ в 1 см³ путем разбавлением 1 см³ стандартной суспензии в мерной колбе на 100 см³

Основная стандартная суспензия формазина хранится 2 месяца и не требует консервации и стабилизации.

Приготовление рабочих стандартных суспензий из формазина 5,0; 8,0; 10,0; 13,0; 15,0 см³ предварительно перемешанной стандартной суспензии формазина 40 ЕМФ в 1 см³ доводят до объема 100 см³ дистиллированной водой и получают рабочие стандартные суспензии концентрации 2,0; 3,2; 4,0; 5,2; 6,0 ЕМФ/дм³.

Построение градуировочного графика

Градуировочный график строят по стандартным рабочим суспензиям. Полученные значения оптических плотностей и соответствующие им концентрации стандартных суспензий (ЕМФ/дм³) наносят на график. Определение оптической плотности проводят при длине волны 530 нм, которой соответствует зеленый светофильтр, в кювете 50 мм.

Порядок работы на приборе КФК-3-01 :

1. Включить фотометр КФК-3-01 и выдержать не менее 30 минут для установления рабочего режима и обеспечения стабильной работы.

2. Установить длину волны подводкой со стороны коротких волн к более длинным.

3. Налить в кюветы жидкость до метки на боковой стенке. При работе с летучими и резко пахнущими веществами кюветы нужно закрыть крышками.

4. Протереть стенки кювет салфеткой. Установить кювету с «холостой» пробой в дальнее гнездо кюветодержателя, а кювету с исследуемым раствором – в ближнее гнездо. При установке кювет в кюветодержатели нельзя касаться рабочих участков поверхностей (ниже уровня жидкости в кювете). Наличие загрязнений, капель

раствора на рабочих поверхностях кюветы, наличие пузырьков в жидкости приводит к получению неверных результатов измерений. Не наклонять кювету с жидкостью при установке ее в кюветодержатель.

5. Клавишей выбора режима D (C) выбрать режим измерения.

6. Нажать клавишу # На индикаторе должно отразиться – ГРАДУИРОВКА, через 3-5 сек. надпись исчезает и появляется – ИЗМЕРЕНИЕ.

7. Ручку перемещения кювет установить вправо до упора, при этом в световой пучок вводится кювета с исследуемым раствором. На индикаторе отображается значение оптической плотности исследуемого раствора. Определение оптической плотности повторить три раза, фиксируя результаты измерений. Значение оптической плотности исследуемого раствора определяется как среднее арифметическое трех измерений.

8. После проведения измерений кюветы промыть водопроводной, дистиллированной водой, затем этиловым спиртом и оставить до полного высыхания.

9. Выключить фотометр.

Состав отчета.

1. Цель работы.
2. Ответы на контрольные вопросы.
3. Задание.
4. Градуировочный график, расчет коэффициента факторизации F
5. Результаты определения мутности заданной пробы воды.
6. Выводы.

Контрольные вопросы.

1. Что такое мутность воды и какие факторы приводят к увеличению мутности?
2. Как влияет мутность воды на процесс обеззараживания?
3. Опишите устройство и принцип работы фотоэлектроколориметра.
4. С какой целью проводят построение градуировочных графиков при количественном определении мутности и концентрации других веществ и ионов в растворах.?
5. Какие факторы влияют на точность проведения измерений оптической плотности?
6. Чем определяется и в каких единицах измеряется мутность питьевой воды?
7. Соответствуют ли исследованные пробы воды заданным показателям качества?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. РД 52.04.186-89 Руководство по контролю загрязнения атмосферы
2. ГОСТ 17.1.5.05-85 Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору проб поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков
3. ГОСТ 4245-72 Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов
4. СанПиН 2.1.4.1074-01.Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды централизованных систем питьевого водоснабжения. Контроль качества
Лурье Ю.Ю. Химический анализ производственных сточных вод / Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия,1974
- 5.ГОСТ 3351 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности.
6. ГОСТ 24481-80 Вода питьевая. Отбор проб
- 7.ГОСТ 3351-74 Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности
8. НПКД 421598.100 РЭ Мультитест ИПЛ Руководство по эксплуатации.
9. Р 2.2.2006-05 Общие методические требования к организации и проведению контроля содержания вредных веществ в воздухе рабочей зоны.
10. ГОСТ 12.1.005-88 "ССБТ. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" (с изм.1)
11. Фомин Г.С. Фомин А.Г. Почва Контроль по международным стандартам
12. Фомин Г.С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам. Энциклопедический справочник.-3-е изд., перераб и доп.-М., Издательство «Протектор»,2000.-848 с.
13. Ф. Выдра, К. Штулик, Э. Юлаков Инверсионная вольтамперометрия издательство: "Мир" 1980 г.

14. Анализатор вольтамперометрический АКВ-07МК. Руководство по эксплуатации
15. ГН 2.1.7.020 Перечень предельно-допустимых концентраций (ПДК) химических веществ в почве
16. ГН 1.1.546-96 Ориентировочно-безопасные уровни (ОДК) химических веществ в почве.
17. ГН 2.1.6.1338-03 ПДК загрязняющих веществ в атмосферном воздухе населенных мест
18. ГН 2.2.5.1313-03 ПДК вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Практикум

*НИКИТИНА Елена Николаевна
ВЕРШИНИНА Ирина Григорьевна*

Системы диагностики и контроль окружающей среды

Редакторы:
*Е.С. Захарова
И. А. Назарова*

Подписано в печать 27.11.2013г.
Формат 60x84 1/16. Бумага офсетная
Усл. п. л.3.,7 Уч.-изд. л. 2,7
Тираж экз. Рег. № 9/13sf

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Самарский государственный технический университет»
443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Главный корпус

Отпечатано в типографии
Самарского государственного технического университета
Филиал в г. Сызрани, 446001, г. Сызрань, ул. Советская 45