

Федеральное государственное бюджетное
образовательное учреждение
высшего образования
«МОСКОВСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ ЛЕСА»

В.И. Азаров, А.Н. Зарубина, С.М. Тарасов

ОБЩАЯ ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

Учебно-методическое пособие
Рекомендовано к изданию Редакционно-издательским советом
университета в качестве учебно-методического пособия
к лабораторным работам
для студентов направления подготовки бакалавров
«Химическая технология»

Москва
Издательство Московского государственного университета леса
2016

УДК 547.057

А35

Разработано в соответствии с Федеральным государственным образовательным стандартом ВО 2016 г. для направления подготовки бакалавров, профиль – «Химическая технология переработки древесины»

Авторы: В. И. Азаров, Ю.В. А.Н. Зарубина, С.М. Тарасов

Рецензенты: профессор А. Н. Иванкин;

доцент О.П. Прошина

Работа подготовлена на кафедре химической технологии древесины и полимеров

Аз35 Общая химическая технология: учебно-методическое пособие – М.: ФГБОУ ВО МГУЛ, 2016. – 34 с.

Пособие предназначено для студентов очного и заочного обучения направления подготовки бакалавров 18/03/01 и содержит методики химического анализа воды, используемой во всех химических производствах. Приведены методики приготовления необходимых реактивов.

УДК 547.057

Учебное издание

Азаров Василий Ильич
Зарубина Анжелла Николаевна
Тарасов Сергей Михайлович

ОБЩАЯ ХИМИЧЕСКАЯ ТЕХНОЛОГИЯ

В авторской редакции
 Компьютерный набор и верстка А.Н. Зарубиной
 По тематическому плану внутривузовских изданий учебной литературы на 2016 г, поз. доп.

Подписано в печать Формат 60x90 1/16. Бумага 80 г/м²

Гарнитура «Таймс». Ризография. Усл. печ. л. 2,25.

Тираж 50 экз. Заказ №

Издательство Московского государственного университета леса. 141005,
 Мытищи-5, Московская обл., 1-я Институтская, 1, МГУЛ.
 Телефоны: (095)588-5762, 588-5348, 588-5415. Факс: 588-5109.

E-mail: izdat@mgul.ac.ru

© Азаров В.И., Зарубина А.Н.,
 Тарасов С.М., 2016
 © ФГБОУ ВО МГУЛ, 2016

Предисловие

Учебно-методическое пособие к лабораторным работам по общей химической технологии предназначено для студентов очного и заочного обучения направления подготовки бакалавров 18.03.01. Пособие соответствует учебному плану по данному направлению и составлено в соответствии с учебными программами по общей химической технологии и с учетом материально-технического оснащения лабораторий кафедры.

Лабораторные работы посвящены анализу воды, которая широко используется в химической промышленности, в том числе в лесохимии, в производстве полимерных материалов и в целлюлозно-бумажной промышленности. Определение качества воды, характеризуемого различными физическими и химическими показателями, является необходимым в любом химическом производстве. Разработанные лабораторные работы позволяют студентам, используя знания и навыки, полученные ранее при изучении общей и неорганической химии, физической, коллоидной и аналитической химии, определять наличие тех или иных примесей в воде и устанавливать соответствие определяемых показателей требованиям по качеству воды в зависимости от ее дальнейшего применения.

Кроме методик определения важнейших характеристик воды пособие содержит подробное описание приготовления необходимых для проведения лабораторных работ реагентов.

В пособие включены вопросы для самостоятельной работы студентов, которые достаточно полно отображают программный материал по общей химической технологии и могут быть использованы для подготовки к экзамену.

Правила работы в химической лаборатории и рекомендации по технике безопасности не рассматриваются, так как они осваиваются студентами при работе в лабораториях кафедры по предшествующим курсам органической химии, химии древесины и синтетических полимеров.

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ВОДЫ

Химическая промышленность использует воду в огромных количествах и для самых разнообразных целей. Это объясняется комплексом ценных свойств воды, ее доступностью и удобствами применения. Химические предприятия строятся возле водных источников. В ряде производств она служит сырьем и реагентом, непосредственно участвующим в основных химических реакциях, или применяется для технологических целей. В гораздо больших размерах вода используется как теплоноситель. Водой охлаждают реагирующие массы, нагретые в результате экзотермических процессов. Водяной пар или нагретая вода применяется для нагревания взаимодействующих веществ с целью ускорения процесса или компенсации затрат теплоты в эндотермических процессах. Для теплообмена между реагирующими массами и водой применяются разнообразные теплообменники, холодильники и нагреватели, в которых теплота передается иногда при непосредственном соприкосновении воды с материалами, а чаще через стенки к жидким или газообразным реагирующим массам. Современные предприятия расходуют огромные количества воды, измеряемые на больших комбинатах миллионами кубических метров в сутки.

Сейчас на промышленные нужды идет около 40 % стока пресной воды, причем рост промышленного производства влечет за собой всевозрастающее потребление воды; в результате необратимые потери воды могут превысить уровень ее естественного воспроизводства, тем более, что расход свежей воды в промышленности сопровождается сбросом сточных вод в водоемы. Уже сейчас в некоторых районах и странах мира наблюдается дефицит пресной воды. Основным направлением сохранения природных водных ресурсов служит резкое сокращение потребления воды промышленностью путем организации замкнутых бессточных производств и широким внедрением систем водооборота в промышленность. Расход воды в промышленности сокращается также путем совершенствования технологии и заменой водяного охлаждения воздушным.

Вода является хорошим растворителем, поэтому природная вода обычно содержит различные примеси. Качество воды определяется ее физическими и химическими характеристиками, такими, как прозрачность, цвет, запах, температура, общее солесодержание, жесткость, окисляемость и реакция воды. Эти характеристики показывают наличие или отсутствие тех или иных примесей.

Примеси в воде регламентируются соответствующими ГОСТами. Вредность примесей связана с их химическим составом или дисперсным состоянием, а также с технологией производства, использующего воду.

Грубодисперсные, механические взвеси засоряют трубопроводы и аппараты, уменьшая их производительность, образуют пробки, которые могут вызвать аварию. Примеси, находящиеся в виде коллоидных частиц, засоряют диафрагмы электролизеров, вызывают вспенивание воды и перебросы в котлах и аппаратах. Огромный вред приносят растворенные в воде соли и газы, образующие накипи и вызывающие поверхностное разрушение металлов вследствие коррозии.

Требования к качеству производственной воды зависят от вида вырабатываемой продукции и ее назначения. Например, на последних стадиях обработки наиболее ответственных целлюлоз при промывке после отбели, рекомендуется использовать производственную воду со следующими предельно допустимыми показателями качества:

цвет по платино-кобальтовой шкале, град.....	– 5
содержание взвешенных веществ, мг/л	– 0,5-2,0
общее содержание растворенных примесей, мг/л	– 75
общее содержание растворенных минеральных примесей, мг/л..	– 70
содержание, мг/л	
железа	– 0,1
марганца.....	– 0,05
хлоридов.....	– 20
растворенных силикатов.....	– 10
окисляемость по перманганату, мг/л.	– 10
общая жесткость, °Н.	– 4
величина рН при 20 °С	– 70

Однако, чем выше степень очистки воды, тем выше и ее стоимость, которая является составляющей себестоимости выпускаемой продукции. Поэтому в каждом отдельном случае требования к качеству производственной воды должны соответствовать виду вырабатываемой продукции, ее назначению, должны обеспечивать необходимые качества этой продукции, но не должны быть чрезмерными.

Лабораторная работа 1

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ ВЗВЕШЕННЫХ ВЕЩЕСТВ В ВОДЕ

Фильтруют 1 л исследуемой воды через высушенный до постоянной массы беззольный бумажный фильтр. Фильтр с осадком высушивают в сушильном шкафу при температуре 105 ± 3 °С до постоянной массы и взвешивают.

Высушенный фильтр с осадком взвешенных веществ помещают в прокаленный фарфоровый или платиновый тигель, осторожно сжигают, прокаливают в муфельной печи до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Расчет. Общее содержание взвешенных веществ (A , мг/л) вычисляют по формуле

$$A = [(b - a) \cdot 1000] / V,$$

где b – масса фильтра с осадком после высушивания, г;
 a – масса пустого фильтра, г;
 V – объем воды, взятый для анализа, л.

Содержание минеральных взвешенных веществ (B , мг/л) рассчитывают по формуле

$$B = [(b_1 - a_1) \cdot 1000] / V,$$

где a_1 – масса пустого тигля, г;
 b_1 – масса тигля с остатком после прокаливания, г;
 V – объем воды, взятый для анализа, л.

Содержание органических веществ (C , мг/л) вычисляют по формуле

$$C = A - B.$$

Лабораторная работа 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРЕННЫХ В ВОДЕ ПРИМЕСЕЙ

В фарфоровой или платиновой чашке на водяной бане выпаривают 500 – 1000 мл фильтрованной воды (колбу, в которой находилась проба воды, ополаскивают дистиллированной водой и выливают ее в ту же чашку). Чашку с остатком после выпаривания высушивают в сушильном шкафу при 105 ± 3 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Расчет. Общее содержание растворенных примесей (D , мг/л) находят по формуле

$$D = [(b - a) \cdot 1000 \cdot 1000] / V,$$

где a – масса пустой чашки, г;
 b – масса чашки с остатком после высушивания, г;
 V – объем воды, взятый на анализ, мл.

Лабораторная работа 3

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕГО СОДЕРЖАНИЯ РАСТВОРЕННЫХ В ВОДЕ МИНЕРАЛЬНЫХ ПРИМЕСЕЙ (МИНЕРАЛЬНОГО ОСТАТКА)

Чашку с сухим остатком помещают в муфельную печь, прокаливают при 600 °С до постоянной массы, охлаждают и взвешивают.

Расчет. Общее содержание растворенных минеральных примесей (M , мг/л) рассчитывают по формуле

$$M = [(b_1 - a) \cdot 1000 \cdot 1000] / V,$$

где a – масса пустой чашки, г;
 b_1 – масса чашки с остатком после прокаливания, г;
 V – объем воды, взятый на анализ, мл.

Лабораторная работа 4

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ЦВЕТНОСТИ ВОДЫ (ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД)

Цветность воды определяют колориметрически и выражают в градусах платино-кобальтовой или бихромат-кобальтовой шкалы. Цветность определяют в прозрачной воде. Если вода непрозрачна, перед определением цветности ее фильтруют.

Эталонная бихромат-кобальтовая шкала получается смешением двух растворов № 1 и № 2.

Раствор № 1: 0,0875 г химически чистого бихромата калия и 2,000 г сульфата кобальта вносят в мерную колбу вместимостью 1000 мл, приливают 200 мл дистиллированной воды, добавляют 1 мл химически чистой концентрированной серной кислоты ($\rho = 1,84$ г/см³) и дистиллированной водой доводят объем до метки. Цветность полученного раствора принимают равной 500 °.

Раствор № 2: 1 мл химически чистой концентрированной серной кислоты ($\rho = 1,84$ г/см³) разбавляют в мерной колбе объемом 1000 мл дистиллированной водой до метки. Цветность этого раствора равна 0 °.

Приготовленные растворы смешивают в следующих соотношениях:

Раствор №1	0	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14	16	18
Раствор №2	100	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86	84	82
Градусы цветности	0	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70	80	90

Полученная таким образом бихромат-кобальтовая шкала цветности соответствует шкале, приготовленной из хлорплатината калия. Срок годности шкалы 2–3 месяца.

Аппаратура: фотоэлектроколориметр, прокалиброванный по набору стандартных растворов; светофильтр – темно-фиолетовый (№ 1 для ФЭКН-57, №2 для ФЭКН-56); кюветы с толщиной слоя 50 мм.

Ход определения. Измеряют оптическую плотность пробы. Калибровочный график получают, определяя оптическую плотность набора эталонных растворов.

Соответствующие значения цветности воды в градусах бихромат-кобальтовой шкалы устанавливают по калибровочному графику, исходя из величины оптической плотности исследуемой пробы.

Лабораторная работа 5

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ВЕЛИЧИНЫ pH ВОДЫ

Величину pH воды определяют с помощью индикаторов или потенциометрически. Для ориентировочного измерения pH с помощью индикаторов можно применять кроме растворов индикаторные бумаги.

Определение pH с помощью индикаторной бумаги. Полоску индикаторной бумаги опускают в анализируемую пробу воды, быстро вынимают и сравнивают ее окраску со шкалой, приложенной к данной индикаторной бумаге. Таким методом можно определить величину pH с точностью до единицы pH.

Потенциометрический метод определения pH. При измерении pH воды этим методом пользуются лабораторным pH-метром (потенциометром) со стеклянным электродом измерения и каломельным или хлоросеребряным электродом сравнения. При определении pH одновременно измеряют температуру испытуемой воды для внесения поправок при значительном отклонении ее от 20 °С.

Полученные результаты округляют до 0,05 – 0,10 рН в зависимости от типа применяемого прибора.

Лабораторная работа 6

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОДЫ (ПЕРМАНГАНАТНЫЙ МЕТОД)

Окисляемость воды перманганатным методом определяют как в кислой, так и в щелочной среде в зависимости от содержания хлоридов в анализируемой пробе. При содержании хлорид-ионов в пробе не более 3 мг окисляемость воды определяют в кислой среде, при более высоком — в щелочной.

Определение окисляемости воды в кислой среде

В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают 100 мл исследуемой воды, приливают 5 мл разбавленной 1:3 серной кислоты и нагревают до кипения. После чего из бюретки прибавляют 20 мл 0,01 н раствора перманганата калия и, накрыв колбу часовым стеклом или воронкой, кипятят в течение 10 мин. Затем снимают колбу с плитки и к горячему раствору приливают из бюретки 20 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты. Если раствор в колбе обесцветится или побуреет в процессе 10-минутного кипячения до прибавления щавелевой кислоты анализ необходимо повторить, взяв меньшее количество исследуемой воды и доведя объем до 100 мл дистиллированной водой. После прибавления щавелевой кислоты содержимое колбы должно обесцветиться. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают 0,01 н. раствором перманганата калия до слабо-розовой окраски раствора. Температура раствора в процессе титрования должна находиться в пределах 80 – 90 °С. 1 мл 0,01 н раствора перманганата калия соответствует 0,08 мг кислорода или 0,316 мг перманганата.

Расчет. Окисляемость в миллиграммах кислорода на литр воды F_0 рассчитывают по формуле

$$F_0 = [(a_1 + a_2) - 20] \cdot 0,08 \cdot 1000 / V,$$

где a_1 – количество точно 0,01 н раствора перманганата калия, прилитое к исследуемой пробе воды, мл;

a_2 – количество точно 0,01 н раствора перманганата калия, израсходованное на титрование избытка точно 0,01 н щавелевой кислоты, мл;

V – объем исследуемой воды, взятый на анализ, мл.

Окисляемость в миллиграммах перманганата на литр воды F_n вычисляют по формуле

$$F_n = [(a_1 + a_2) - 20] \cdot 0,316 \cdot 1000 / V.$$

Обозначения те же.

Определение окисляемости в щелочной среде

В коническую колбу вместимостью 250 мл пипеткой вносят 100 мл исследуемой воды, приливают 0,5 мл 33%-ного раствора едкого натра и нагревают почти до кипения. После чего добавляют 20 мл 0,01 н. раствора перманганата калия, накрывают колбу часовым стеклом или воронкой и кипятят в течение 10 минут. По истечении этого времени снимают колбу с нагревательного прибора. По окончании кипячения жидкость над осадком в колбе должна иметь фиолетовый оттенок (если жидкость над бурым осадком оксида марганца полностью обесцветится, анализ определяют с меньшим объемом анализируемой воды). Далее вливают в колбу 5 мл разбавленной 1:3 серной кислоты, 20 мл 0,01 н раствора щавелевой кислоты и титруют обесцветившуюся жидкость 0,01 н раствором перманганата калия до появления устойчивой в течение 1 мин слабо-розовой окраски. Температура раствора при титровании должна поддерживаться в пределах 80 – 90° С.

Расчет. Окисляемость рассчитывают по формулам, приведенным выше (см. определение окисляемости в кислой среде).

Лабораторная работа 7

ОПРЕДЕЛЕНИЕ ОБЩЕЙ ЖЕСТКОСТИ ВОДЫ (ТРИЛОНОМЕТРИЧЕСКИЙ МЕТОД)

Определение жесткости сырой и осветленной воды в отсутствие ионов меди, цинка и марганца

В коническую колбу вместимостью 250 мл отбирают точно измеренный объем анализируемой прозрачной воды, разбавляют до 100 мл дистиллированной водой, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора (рН 9–10), 6–7 капель раствора индикатора кислотного хром темно-синего или эриохрома черного Т и медленно титруют при интенсивном перемешивании 0,05 н трилоном Б до перехода окраски из красной в синюю.

сиреневую при первом индикаторе и из винно-красной в синюю при втором. Титрование заканчивают в момент наиболее резкого изменения окраски.

Расчет. Общую жесткость воды (J , мг-экв/л) рассчитывают по формуле

$$J=(a \cdot K \cdot N \cdot 1000) / V,$$

где a – объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование, мл;

N – нормальность раствора трилона Б;

K – поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;

V – объем анализируемой воды, взятый на анализ, мл.

В зависимости от предполагаемой жесткости воды берут от 10 до 100 мл исследуемой воды с таким расчетом, чтобы расход 0,05 н раствора трилона Б при титровании не превысил 10 мл: при жесткости до 5 мг-экв/л 100 мл, от 5 до 10 мг-экв/л 50 мл, от 10 до 20 мг-экв/л 25 мл и при жесткости выше 20 мг-экв/л 10 мл (недостающий до 100 мл объем при анализе восполняют дистиллированной водой).

Сильнощелочные воды и сильнокислые перед началом определения жесткости необходимо нейтрализовать соответственно 0,1 н раствором соляной кислоты или 0,1 н раствором едкого натра по метиловому оранжевому. При жесткости воды выше 20 мг-экв/л можно применять 0,1 н раствор трилона Б, при жесткости ниже 0,5 мг-экв/л 0,01 н.

Определение жесткости вод типа конденсата и умягченной воды в отсутствие ионов цинка, меди и марганца

К 100 мл пробы воды добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора (рН=9–10), 5–6 капель индикатора кислотного хром темно-синего и медленно титруют из микробюретки 0,01 н раствором трилона Б до изменения окраски раствора.

Расчет. Жесткость (J , мг-экв/л) рассчитывают по формуле

$$J=(a \cdot K \cdot 0,01 \cdot 1000) / 100=0,1 \cdot a \cdot K,$$

где a – израсходованный на титрование объем 0,01 н раствора трилона Б, мл;

K – поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б, мл.

Определение жесткости воды в присутствии ионов меди и цинка

В присутствии меди переход окраски индикатора нечеткий. При наличии в воде цинка результаты определения жесткости воды получаются завышенными на величину, эквивалентную содержанию цинка.

К пробе воды, взятой для определения жесткости, приливают 1 мл 2–5% - ного раствора сульфида натрия и тщательно перемешивают. Затем прибавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 6–7 капель индикатора и титруют 0,05 н раствором трилона Б до изменения окраски раствора. Изменение окраски отчетливое, но сама окраска несколько отличается от обычной.

Расчет производят по формуле, приведенной выше.

При анализе вод с малой жесткостью целесообразно первоначально вести определение жесткости в двух параллельных пробах: в одной с добавлением сульфида натрия, в другой без него. При совпадении результатов титрования параллельных проб в дальнейшем можно обойтись без добавления сульфида натрия. При расхождении результатов правильным является результат определения, выполненного в присутствии сульфида натрия. Это особенно важно при вводе в эксплуатацию нового оборудования с поверхностями из латуни или меди.

Один миллиграмм-эквивалент жесткости отвечает содержанию 20,04 мг/л ионов кальция или 12,16 мг/л ионов магния. Один немецкий градус жесткости соответствует 0,35663 миллиграмм-эквивалента.

Лабораторная работа 8

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ МАРГАНЦА В ВОДЕ

Метод основан на окислении содержащегося в воде марганца до семивалентного. Окислителем служит персульфат аммония в кислой среде. Катализатором процесса являются ионы серебра.

Хлориды, присутствующие в воде, препятствуют окислению двухвалентного марганца, поэтому их предварительно удаляют.

Аппаратура. Фотоэлектроколориметр, кюветы с толщиной рабочего слоя 20–50 мм.

Реактивы: разбавленная серная кислота (1:2); азотная кислота ($\rho=1,40 \text{ г/см}^3$); нитрат серебра (0,1 н раствор); персульфат аммония; стандартный раствор перманганата калия (9 мл точно 0,01 н раствора перманганата калия вносят в мерную колбу, объемом 100 мл, разбавляют дистиллированной водой до метки и перемешивают; 1 мл полученного раствора содержит 0,01 мг ионов двухвалентного марганца).

Построение калибровочного графика. В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят следующие количества стандартного раствора перманганата калия: 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0; 6,0; 8,0; 10,0 мл. Дистиллированной водой доводят объем содержимого каждой колбы до 50 мл. Получают стандартную шкалу с содержанием марганца 0,0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,08; 0,1 мг. Измеряют оптическую плотность стандартных растворов на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 530 нм), используя кюветы с толщиной рабочего слоя 20–50 мм. По полученным данным строят калибровочный график, по которому определяют содержание ионов двухвалентного марганца.

Ход определения. К 100–500 мл исследуемой воды в фарфоровой чашке прибавляют 5 мл разбавленной серной кислоты (1:2) и выпаривают сначала на водяной бане, затем на плитке до полного удаления кислоты.

Сухой остаток смачивают небольшим количеством дистиллированной воды, прибавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты, 10 мл горячей дистиллированной воды, 3 мл 0,1 н раствора нитрата серебра, 0,2 г персульфата аммония и нагревают раствор до тех пор, пока интенсивность окраски перестанет увеличиваться.

После охлаждения раствора доводят его объем дистиллированной водой в мерной колбе, объемом 50 мл, до метки и измеряют оптическую плотность на фотоэлектроколориметре с зеленым светофильтром (длина волны 530 нм). Содержание марганца определяют по калибровочному графику.

Расчет. Содержание марганца X мг/л, вычисляют по формуле

$$X = a \cdot 1000 / V,$$

где a – содержание марганца, найденное по калибровочному графику, мг;

V – объем исследуемой воды, взятый на определение, мл.

Лабораторная работа 9

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ЖЕЛЕЗА В ВОДЕ

Метод основан на способности сульфосалициловой кислоты образовывать с ионами железа окрашенные комплексные соединения. В щелочной среде сульфосалициловая кислота реагирует с ионами двух- и трехвалентного железа (раствор окрашивается в желтый цвет), а в слабокислой – только с ионами трехвалентного железа (раствор окрашивается в красный цвет).

Аппаратура. Фотоэлектроколориметр.

Реактивы: концентрированная азотная кислота (ч.д.а.); 2 н раствор хлорида аммония; 20%-ный раствор сульфосалициловой кислоты; гидроксид аммония, разбавленный 1:1; рабочий стандартный раствор хлорида железа (III), содержащий в 1 мл 0,01 мг ионов железа (III).

Построение калибровочного графика. В 10 мерных колб вместимостью по 100 мл вносят 0; 1; 2; 4; 10; 20; 40; 60; 80; 100 мл рабочего стандартного раствора железа, что соответствует содержанию 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг железа. Приливают по 2 мл 2 н раствора хлорида аммония, по 2 мл 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и по 20 мл разбавленного 1:1 раствора аммиака. После прибавления каждого реактива растворы перемешивают. Объем содержимого колб доводят дистиллированной водой до метки, тщательно перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность эталонных растворов по отношению к контрольному, не содержащему железа, в кюветах с толщиной поглощающего свет слоя 50 мм, пользуясь сине-фиолетовым светофильтром (длина волны 413 нм). По полученным данным строят график зависимости оптической плотности растворов от содержания в них железа – калибровочный график. Он должен иметь вид прямой линии. Окраска сульфо-салицилового комплекса устойчива 24 ч.

Ход определения. К 100 мл анализируемой пробы воды прибавляют 0,5 мл концентрированной азотной кислоты и выпаривают на водяной бане в фарфоровой чашке до 10 – 15 мл для удаления оксида азота (IV). Затем приливают дистиллированную воду до объема 40 – 50 мл и фильтруют полученный раствор в мерную колбу вместимостью 100 мл. Фильтр промывают водой. Затем фильтруют, разбавляют водой до 70 – 80 мл и добавляют 2 мл 2 н раствора хлорида аммония, 2 мл 20%-ного раствора сульфосалициловой кислоты и 2 мл 12,5%-ного раствора аммиака, доводят объем дистиллированной водой до метки и тщательно перемешивают (после добавления каждого реактива раствор также перемешивают). Через 10 мин измеряют оптическую плотность приготовленного раствора по отношению к контрольному раствору, не содержащему железа, так же, как и при построении калибровочного графика. По полученной оптической плотности, пользуясь калибровочным графиком, находят содержание железа в испытуемом растворе.

Расчет. Содержание общего количества железа X_{Fe} , мг/л, вычисляют по формуле

$$X_{Fe} = a \cdot 1000 / V,$$

где a – содержание железа, найденное по калибровочному графику, мг;

V – объем исследуемой воды, взятый на определение, мл.

Точность определения $\pm 0,1$ мг/л.

Лабораторная работа 10

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ХЛОРИДОВ В ВОДЕ АРГЕНТОМЕТРИЧЕСКИМ МЕТОДОМ

Метод основан на способности хлорид-ионов образовывать с ионами серебра окрашенные соединения в нейтральной среде.

Реактивы: раствор нитрата серебра концентрацией 4,791 г/л (1 мл такого раствора соответствует 1 мг ионов хлора); 10%-ный раствор хромата калия; 0,1 н раствор серной кислоты; 0,1 н раствор гидроксида натрия; индикатор фенолфталеин; индикатор метиловый оранжевый.

Приготовление раствора нитрата серебра: 4,791 г нитрата серебра х. ч. растворяют в дистиллированной воде, не содержащей ионов хлора; объем раствора доводят той же дистиллированной водой до метки в мерной колбе объемом 1000 мл.

Ход определения. Определение начинают с установления количества кислоты или щелочи, необходимого для нейтрализации анализируемой пробы воды. К 100 мл исследуемой воды прибавляют 2 капли фенолфталеина. Если раствор окрасится в розовый или красный цвет (щелочная реакция), титруют 0,1 н раствором серной кислоты до обесцвечивания раствора. Если после прибавления фенолфталеина проба воды осталась бесцветной, добавляют 2 капли индикатора метилового оранжевого. При появлении красной окраски (кислая реакция) титруют 0,1 н раствором гидроксида натрия до перехода окраски в желтую. В каждом случае отмечают расход титранта. В случае, когда вода не показывает щелочной реакции по фенолфталеину и кислой по метиловому оранжевому, нейтрализации пробы не требуется, так как ее рН находится в пределах 4,2–8,2.

Выяснив реакцию среды анализируемой воды, приступают непосредственно к анализу. В коническую колбу объемом 250 мл пипеткой отмеряют 100 мл исследуемой воды. Если необходимо, ее нейтрализуют установленным количеством кислоты или щелочи, добавляют 1 мл 10%-ного хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до появления оранжево-желтой окраски.

Расчет. Содержание хлоридов в воде (X , мг/л) в пересчете на ион хлора вычисляют по формуле

$$X = a \cdot K \cdot 1000 / V,$$

где a – расход раствора нитрата серебра на титрование, мл;
 K – поправочный коэффициент к раствору нитрата серебра;
 V – объем исследуемой воды, взятый на анализ, мл.

Определение поправочного коэффициента к раствору нитрата серебра

Взвешивают 1,649 г дважды перекристаллизованного и высушенного при 120 °С (3 ч) хлорида натрия и растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе объемом 1000 мл. Доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают. 1 мл полученного раствора содержит 1 мг хлорид-ионов.

В три конические колбы отбирают по 10 мл указанного раствора, добавляют в каждую по 40 мл дистиллированной воды и по 1 мл 10 %-ного раствора хромата калия и титруют из бюретки раствором нитрата серебра до появления оранжево-желтой окраски, исчезающей от прибавления одной капли раствора хлорида натрия.

Поправочный коэффициент рассчитывают по формуле

$$K=30/(b_1+b_2+b_3),$$

где b_1, b_2, b_3 – расход раствора нитрата серебра на титрование, мл.

Лабораторная работа 11

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ СУЛЬФАТОВ В ВОДЕ

Содержание сульфатов определяют трилонометрическим методом, основанном на связывании сульфат-ионов ионами бария.

Реактивы: 0,05 н раствор хлорида бария; 0,05 н раствор хлорида магния; 0,05 н раствор трилона Б; аммиачный буферный раствор; 9 н водный раствор аммиака; концентрированная соляная кислота; хромоген черный специальный ЕТ-00 (эриохром черный Т), сухая смесь с х.ч. хлоридом натрия; фильтр беззольный для мелкокристаллического осадка.

Все реактивы для данного определения готовят на дважды перегнанной в стеклянном приборе дистиллированной воде (вода не должна содержать ионов меди).

Ход определения. В коническую колбу объемом 250 мл помещают 100 мл испытуемой воды. В этой же колбе, если необходимо, выпариванием раствора концентрируют сульфат-ионы, подливая по мере выпаривания новую порцию испытуемой воды (до кипения выпариваемый раствор не доводят).

Содержимое колбы подкисляют тремя каплями концентрированной соляной кислоты (до кислой реакции), прибавляют 25 мл 0,05 н раствора хлорида бария, нагревают до кипения, кипятят 10 мин, затем в течение часа выдерживают на водяной бане.

Через час раствор фильтруют через небольшой беззольный фильтр, предварительно промытый горячей дистиллированной водой. При филь-

тровании стараются, по возможности, осадок на фильтр не переносить. Колбу с садком промывают 5–6 раз водой с температурой 40–50 °С, не удаляя приставшего к стенкам колбы осадка. Промывные воды пропускают через тот же фильтр. Фильтр с частью попавшего на него осадка сульфата бария промывают водой до отрицательной реакции на ион хлора. После того, как вода стечет, фильтр с осадком переносят в ту же колбу, где производилось осаждение и находится основная часть осадка. Приливают 5 мл 9 н раствора аммиака, осторожно с помощью стеклянной палочки разворачивают фильтр, распрямляют по дну колбы. Затем прибавляют по 6 мл 0,05 н трило-на Б на каждые 5 мг предполагаемого содержания сульфат-ионов во взятом для определения объеме анализируемой воды.

Содержимое колбы осторожно нагревают на песчаной бане до кипения и кипятят до растворения осадка (3–5 мин), держа колбу в наклонном положении и периодически перемешивая жидкость.

Раствор охлаждают, приливают 50 мл дистиллированной воды, 5 мл аммиачного буферного раствора, добавляют 0,1 г индикатора и титруют избыток трилона Б раствором хлорида магния до перехода синей окраски в лиловую. 1 мл 0,05 н раствора трилона Б соответствует 2,4 мг сульфат-ионов.

Расчет. Содержание сульфат-ионов (X , мг/л) вычисляют по формуле

$$X = [(a \cdot K - b \cdot K_1) \cdot 2,4 \cdot 1000] / V,$$

где a – количество прибавленного раствора трилона Б, мл;
 K – поправочный коэффициент к нормальности трилона Б, мл;
 K_1 – поправочный коэффициент к нормальности раствора хлорида магния;
 V – объем испытуемой воды, взятый для определения, мл.

Точность метода $\pm 2,0$ мг/л сульфат-ионов. Оптимальные интервалы концентраций для трилонометрического определения сульфат-ионов находятся в пределах 5–25 мг.

При содержании в воде сульфат-ионов больше 250 мг/л пробу воды необходимо разбавить. При содержании сульфат-ионов меньше 50 мг/л необходимо брать для определения больший объем испытуемой воды и концентрировать его, как указано в данной методике.

Допустимые расхождения между параллельными определениями сульфат-ионов: 3–5 мг/л, если их содержание не превышает 25 мг/л; 5–10 мг/л при содержании не выше 300 мг/л; при более высоких концентрациях 3 % .

Лабораторная работа 12

ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ИОНОВ НАТРИЯ В ВОДЕ

Фотометрирование иона натрия производят по излучаемой длине волны 589 нм. Оптимальные концентрации иона для фотометрирования 1–30 мг/л, так как при таких содержаниях иона градуировочный график практически прямолинеен. Поэтому воду, содержащую более 30 мг/л иона натрия, соответственно разбавляют. При определении иона натрия на приборах, снабженных светофильтрами, приходится учитывать мешающее влияние иона кальция. Ион кальция удобнее всего отделять, осаждая в виде карбоната химически чистым карбонатом аммония.

Ход определения. Для осаждения карбоната кальция отбирают 50 мл исследуемой воды в мерную колбу вместимостью 100 мл, добавляют 1 каплю 1%-ного раствора метилового оранжевого и подкисляют пробу 5%-ной соляной кислотой до перехода окраски метилового оранжевого в розовый цвет ($\text{pH} \sim 3,5$). Затем нагревают до кипения, добавляют несколько капель 10%-ного раствора аммиака до перехода окраски индикатора в оранжево-желтый цвет и осаждают карбонат кальция, добавляя при перемешивании пробы 150–200 мг карбоната аммония. Пробу кипятят 2–3 мин для устранения избытка карбоната аммония, охлаждают и доводят дистиллированной водой до метки. Осадку дают отстояться и отбирают, не взмучивая пробы, 50 мл для фотометрирования.

Лабораторная работа 13

ВЕСОВОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ВСЕХ СИЛИКАТОВ В ВОДЕ

При выпаривании пробы воды досуха с соляной кислотой образуется кремниевая кислота в нерастворимой форме, которую отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают в виде оксида кремния (IV). Этим методом можно определять не менее 5 мг оксида кремния (IV) в объеме пробы, взятой для анализа.

Весовым методом определяют растворенные силикаты и общее содержание растворенных и нерастворенных силикатов.

Высокое содержание органических веществ мешает определению, их удаляют минерализацией. Пробу воды после добавления 1 мл концентрированной серной кислоты и 3 мл концентрированной азотной выпаривают досуха в платиновой чашке; после исчезновения дыма остаток слегка прокаливают, приливают 50 мл дистиллированной воды и 5 мл

соляной кислоты и далее продолжают по одному из описанных ниже вариантов. Определению мешают фториды.

Реактивы: соляная, серная, фторводородная концентрированные кислоты; 20%-ный раствор гидроксида натрия.

Ход определения.

Определение общего содержания растворенных силикатов. К 200–1000 мл профильтрованной через плотный беззольный фильтр пробы воды прибавляют 5 мл концентрированной соляной кислоты и медленно выпаривают на водяной бане досуха. Эту операцию повторяют еще два раза. Затем остаток сушат 1 ч при 110 °С. После охлаждения в чашку наливают 5 мл концентрированной соляной кислоты, нагревают и прибавляют примерно 50 мл дистиллированной воды. Горячую смесь фильтруют через плотный беззольный фильтр. Осадок промывают дистиллированной водой до отрицательной реакции промывных вод на ион хлора (проба с нитратом серебра). Фильтр с осадком кремниевой кислоты высушивают, помещают в платиновый тигель, осторожно сжигают и прокаливают при 600 °С до постоянной массы.

Остаток после прокаливания смачивают несколькими каплями концентрированной серной кислоты, прибавляют 10 мл фторводородной кислоты, выпаривают досуха и прокаливают при 600 °С до постоянной массы.

Холостой опыт. Определяют (выпариванием и прокаливанием до постоянной массы) содержание посторонних примесей в 10 мл фторводородной кислоты и вычитают результат из массы тигля после второго взвешивания.

Определение общего содержания растворенных и нерастворенных силикатов. Отбирают подходящий объем хорошо перемешанной пробы воды, выпаривают в платиновой чашке досуха с 20 мл гидроксида натрия и высушенный остаток слегка прокаливают. Затем при нагревании растворяют остаток в дистиллированной воде, нейтрализуют соляной кислотой и приливают ее избыток в количестве 5 мл. Далее продолжают определение по варианту I. Результаты выражают в миллиграммах оксида кремния (IV) на 1 л воды.

Расчет. Содержание растворимых силикатов или общее содержание силикатов X , мг/л, вычисляют по формуле

$$X = [(m_1 - m_2) \cdot 1000] / V,$$

где m_1 – масса тигля с двуокисью кремния, мг;

m_2 – масса тигля после обработки фторводородной кислотой, мг;

V – объем пробы воды, взятый на определение, мл.

МЕТОДИКИ ПРИГОТОВЛЕНИЯ ОТДЕЛЬНЫХ РАСТВОРОВ И ИНДИКАТОРОВ

Для приготовления растворов, если нет специальных указаний, применяют дистиллированную воду и реактивы квалификации химически чистый (х.ч.) или чистый для анализа (ч.д.а.), навески которых взвешивают с погрешностью не более 0,01 г. При необходимости перед приготовлением растворов реактивы измельчают. Готовые растворы перемешивают и фильтруют.

Растворы реактивов хранят при температуре 15–25 °С в склянках с притертыми пробками или в полиэтиленовых флаконах с навинченными крышками, если нет других указаний. При длительном хранении раствора перед его употреблением необходимо убедиться в отсутствии в нем мути, осадка или хлопьев. При наличии таковых раствор фильтруют или заменяют свежеприготовленным.

Приготовление 9 н раствора аммиака: 67,5 мл 25%-ного раствора аммиака разбавляют дистиллированной водой до 100 мл.

Приготовление 0,05 н раствора хлорида бария: 6,108 г $\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ растворяют в дистиллированной воде и разбавляют раствор до 1000 мл в мерной колбе.

Растворы йода

Все работы с йодом (пересыпание, возгонку и т.п.) необходимо проводить в вытяжном шкафу. Взвешивать йод следует только в бюксе, так как его пары вызывают быструю коррозию металлических частей весов. Металлический йод содержит примеси его соединений с другими галогенами и влагу, от которых йод очищают путем возгонки. Для возгонки йода его следует брать на 25 % больше рассчитанного количества.

Для приготовления раствора йода его растворяют в растворе йодида калия, количество которого должно в 2–3 раза превышать навеску йода.

Приготовление 0,1 н раствора: берут 12,7 г возогнанного йода и 30 г йодида калия. Йодид калия растворяют в 250–300 мл воды. Приблизительно 12,5 г йода взвешивают в закрытом бюксе на аналитических весах, затем пересыпают через воронку с короткой трубкой в мерную колбу, объемом 1000 мл. Бюкс закрывают крышкой, а воронку быстро промывают приготовленным раствором йодида калия и затем дистиллированной водой, после чего колбу закрывают пробкой. Затем второй раз взвешивают бюкс и по разности двух взвешиваний определяют навеску йода. Содержимое колбы интенсивно перемешивают. В разбавленном

растворе йодида калия йод растворяется плохо, поэтому не следует разбавлять раствор до полного растворения йода.

Не растворившийся йод собирается на дне колбы в виде черных частичек или образует пленку с характерным металлическим блеском, плавающую на поверхности раствора. Чтобы убедиться, весь ли йод растворился, раствор просматривают на свет. Если через 15–20 мин йод не растворится полностью, в колбу следует добавить еще 1–2 г кристаллического йодида калия и, не взбалтывая содержимого, наклонить колбу так, чтобы кристаллы йода и соли собрались в одном месте. Тогда вокруг частичек йода образуется зона концентрированного раствора йодида калия, и они быстро растворяются. После полного растворения йода раствор доводят водой до метки и тщательно перемешивают. Хранят в склянке из темного стекла в защищенном от света месте; 0,1 н раствор йода, содержащий не менее 4 % йодида калия, весьма устойчив.

Приготовление 0,01 н раствора йода: отбирают пипеткой 100 мл 0,1 н раствора йода в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доводят водой до метки. Можно 0,01 н раствор готовить также путем растворения соответствующей навески в растворе йодида калия, как и при приготовлении 0,1 н раствора; 0,01 н раствор мало устойчив, поэтому его концентрацию устанавливают в день использования. Условия хранения указаны выше.

Установка титра 0,1 и 0,01 н растворов йода: титры устанавливают по титрованным растворам тиосульфата натрия.

Растворы гидроксида натрия

Приготовление 5 н раствора: 210 г гидроксида натрия (х.ч. или ч.д.а.) взвешивают на технических весах с точностью до 0,1 г и промывают 10 мл этилового спирта. Чешуйки щелочи слегка подсушивают между листами фильтровальной бумаги и переносят в фарфоровый стакан емкостью 1000 мл. Затем добавляют 800–900 мл дистиллированной воды и, перемешивая, растворяют в них гидроксид натрия. Дают полученному раствору остыть до комнатной температуры, после чего выливают в мерную колбу, объемом 1000 мл. Стакан ополаскивают несколькими порциями воды, которую также выливают в колбу. Объем раствора доводят водой до метки и, закрыв колбу пробкой, тщательно перемешивают содержимое.

Установление концентрации полученного раствора гидроксида натрия по титрованному раствору соляной кислоты: 1,0 мл раствора титруют 0,5 н раствором соляной кислоты в присутствии фенолфталеина и

метилового оранжевого. Содержание гидроксида натрия вычисляют по формуле

$$C_{\text{ш}} = (2V_1 - V_2)C_{\text{к}}/V_3,$$

где $C_{\text{ш}}$ – концентрация гидроксида натрия в растворе, н;

V_1 – объем соляной кислоты, затраченный на титрование аликвоты раствора гидроксида натрия с индикатором фенолфталеином мл;

V_2 – то же с индикатором метиловым оранжевым, мл;

V_3 – аликвота раствора гидроксида натрия, взятая для титрования, мл;

$C_{\text{к}}$ – концентрация раствора соляной кислоты, н.

Приготовление 50 %-ного раствора: 50 г гидроксида натрия (ч.д.а.) растворяют в дистиллированной воде и разбавляют до 100 мл.

Растворы перманганата калия

Органические вещества способствуют быстрому разложению растворов перманганата, поэтому при хранении или в процессе работы следует избегать контакта раствора перманганата с каучуком, фильтровальной бумагой и т.п. Фильтруют растворы перманганата калия только через волокнистый асбест, стеклянную вату или стеклянные фильтрующие тигли. Не сильно разбавленные растворы перманганата сохраняются в темноте без изменений довольно долго.

Перманганат калия очень энергично окисляет многие органические вещества. Глицерин воспламеняется от соприкосновения с порошком перманганата. Смесь порошка перманганата с концентрированной серной кислотой вызывает воспламенение спирта, бумаги или ваты, смоченной спиртом.

В зависимости от рН среды реакция окисления перманганатом протекает различно, перманганат-ион принимает различное число электронов; в кислой среде реакция протекает с присоединением пяти электронов и образованием ионов двухвалентного марганца; в недостаточно кислой или нейтральной среде перманганат-ион принимает три электрона, при этом образуется бурый осадок оксида марганца (IV); в щелочной среде перманганат-ион принимает лишь один электрон с образованием манганат-иона зеленого цвета. Соответственно и грамм-эквивалент перманганата калия будет в каждом случае различным.

Поскольку перманганатом калия обычно пользуются для титрования в кислой среде, то и растворы его готовят, исходя из грамм-эквивалента, равного молекулярной массе, деленной на пять (число электронов, принимаемых молекулой перманганата калия в кислой среде), т.е. $158,04:5=31,608$ (г/экв). Так как кристаллический перманганат калия

обычно содержит ряд примесей (особенно двуокись марганца) и в дистиллированной воде могут содержаться следы органических веществ, окисляемых перманганатом, концентрация раствора перманганата постепенно изменяется в первые дни после его приготовления. Поэтому раствор перманганата готовят приблизительно требуемой концентрации.

Приготовление 0,1 н раствора перманганата калия: отвешивают 3,2 г перманганата калия на техно-химических весах и растворяют в литре прокипяченной и охлажденной дистиллированной воды. Раствор хорошо перемешивают и оставляют стоять в закрытой бутылки 7–10 дней. После этого раствор фильтруют через тигель со стеклянной пористой пластинкой № 3 в чистую сухую склянку из темного стекла с притертой пробкой и устанавливают его титр по щавелевой кислоте или тиосульфату натрия. Вместо длительного стояния можно вскипятить приготовленный раствор и оставить на 1 ч на кипящей водяной бане, а затем профильтровать и по охлаждению до комнатной температуры установить его титр. Раствор должен быть нейтральным.

При правильном приготовлении и хранении раствора титр его практически не меняется в течение длительного промежутка времени. Через четыре месяца уменьшение титра выстоявшегося и профильтрованного раствора обычно составляет около 0,5 %, а для нефильтрованного – около 5 %.

Растворы перманганата калия необходимо хранить в склянках из темного стекла или склянках, покрытых снаружи черным лаком или оклеенных черной бумагой. Склянки с запасными растворами перманганата калия хранят к тому же еще и в темном шкафу. Следует избегать соприкосновения раствора перманганата калия с резиновыми трубками и пробками. При титровании необходимо пользоваться бюретками со стеклянными кранами.

Установка титра перманганата калия по щавелевой кислоте: к 20 мл точно 0,1 н раствора щавелевой кислоты приливают 15 мл 2 н серной кислоты, нагревают до 80–90 °С и титруют приготовленным раствором перманганата калия до появления устойчивой в течение 1 мин розовой окраски.

Поправочный коэффициент K рассчитывают по формуле

$$K=20/a ,$$

где a – объем 0,1 н раствора перманганата калия, израсходованный на титрование 20 мл точно 0,1 н раствора щавелевой кислот; мл.

Установка титра 0,1 н раствора перманганата калия по 0,1 н раствору тиосульфата натрия: в коническую колбу объемом 500 мл с притертой пробкой вносят 2 г химически чистого йодида калия, растворяют его в возможно малом количестве дистиллированной воды, приливают 10 мл разбавленной 1:5 серной кислоты, 20 мл приготовленного раство-

ра перманганата калия (из бюретки) и разбавляют примерно до 200 мл дистиллированной водой. Выделившийся йод титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия. В качестве индикатора используют 0,5%-ный раствор крахмала, который добавляют после того, как раствор примет соломенно-желтый цвет.

Параллельно проводят холостое титрование. Для этого к 20 мл дистиллированной воды добавляют 2 г йодида калия и 10 мл разбавленной 1:5 серной кислоты. Смесь хорошо перемешивают, разбавляют водой до 200 мл и выделившийся йод титруют 0,1 н раствором тиосульфата натрия.

Расчет. Поправочный коэффициент к раствору перманганата калия K рассчитывают по формуле

$$K = [(a - a_1)K_1] / 20,$$

где a – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование 20 мл 0,1 н раствора перманганата калия, мл;
 a_1 – объем 0,1 н раствора тиосульфата натрия, израсходованы на титрование холостой пробы, мл;
 K_1 – поправочный коэффициент к 0,1 н раствору тиосульфата.

Приготовление 0,01 н раствора перманганата калия: 100 мл 0,1 н раствора перманганата калия пипеткой переносят в мерную колбу объемом 1000 мл и разбавляют до метки бидистиллированной водой, перемешанной с несколькими кристалликами перманганата калия; 0,01 н раствор довольно быстро изменяет свой титр. Его следует готовить незадолго до употребления. При пользовании ранее приготовленными растворами их титр устанавливают каждый раз заново перед титрованием.

Растворы перманганата калия можно готовить также из фиксаналов.

Растворы серной кислоты

Приготовление серной кислоты, разбавленной водой в соотношении 1:1. Смешивают равные объемы концентрированной серной кислоты (плотность 1,84 г/см³) и воды, вливая осторожно, при помешивании, кислоту в воду. Разбавление производят в термостойком стакане. Охлажденный раствор переливают в толстостенную склянку с хорошо притертой пробкой.

Аналогично готовят раствор разбавленной 1:2 серной кислоты, смешивая ее с водой в соотношении 1:2.

Приготовление серной кислоты для определения окисляемости воды. Концентрированную серную кислоту (плотность 1,84 г/см³) раз-

бавляют водой в соотношении 1:3, перемешивают и на холоду окисляют перманганатом калия до появления слабо-розовой окраски.

Приготовление раствора фуксина основного (0,085 г/л)

На аналитических весах взвешивают 0,1 г фуксина с точностью до 0,0010 г. Навеску помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл. Колбу доливают водой до метки. Поскольку навеска полностью не растворилась, колбу оставляют на ночь в темном месте. Утром раствор снова перемешивают и фильтруют через беззольный фильтр средней плотности. Концентрацию полученного раствора контролируют путем измерения его оптической плотности D при длине волны 580 нм (7 светофильтр). Оптическая плотность раствора фуксина равна 1,4–1,5. Контроль оптической плотности производится раз в 2–3 месяца.

Растворы щавелевой кислоты

Приготовление 0,1 н раствора щавелевой кислоты для установки титра раствора перманганата: щавелевая кислота в растворе неустойчива, поэтому для установки титра готовят не более 500 мл 0,1 н раствора. Для 500 мл взвешивают 3,1518 г перекристаллизованной щавелевой кислоты, количественно переносят ее в мерную колбу вместимостью 500 мл, растворяют в небольшом количестве воды и доводят затем дистиллированной водой до метки. Содержимое колбы тщательно перемешивают. Титр раствора щавелевой кислоты определяют вычислением. Он равен массе навески в граммах, деленной на объем колбы.

Приготовление 0,01 н раствора щавелевой кислоты для определения окисляемости воды: 0,6303 г высушенной щавелевой кислоты квалификации ч.д.а. растворяют в мерной колбе вместимостью 1000 мл в небольшом количестве дистиллированной воды, подкисленной 1 мл серной кислоты, разбавленной 1:3, доводят объем раствора до метки и тщательно перемешивают.

Раствор бромфенолового синего

Мелкие, почти бесцветные или розовые кристаллы, мало растворимы в воде, лучше в спирте и эфире. Растворим в растворах щелочей и аммиака. Область перехода окраски индикатора рН 3,0–4,6. Переход окраски от желтой через зеленую к сине-фиолетовой. Существует водо-

растворимый бромфеноловый синий – темно-фиолетовый кристаллический порошок.

Приготовление раствора: 1) 0,1 г индикатора растворяют в 20 мл спирта и разбавляют 80 мл воды; 2) 0,1 г водорастворимого индикатора растирают в фарфоровой ступке с водою и растворяют в 100–250 мл воды.

Раствор метилового оранжевого

Метилоранжевый представляет собой порошок оранжево-желтого цвета. Его растворимость в воде: 0,2 г в 100 мл при 20 °С. Нерастворим в спирте. Область перехода рН 3,1–4,4. Переход окраски от красной к желтой.

Приготовление раствора: 0,1 г индикатора взвешивают на аналитических весах и растворяют в 100 мл дистиллированной воды.

Раствор фенолфталеина

Фенолфталеин белый или слегка желтоватый мелкокристаллический порошок. Растворимость в воде: 0,2 г при 20 °С, в спирте – 20 г, в эфире – 5,9 г. Растворим в растворах щелочей и углекислых солей щелочных металлов с малиновым окрашиванием. Область перехода рН 8,2–10,0. Переход окраски от бесцветной к розовой (красной).

Приготовление раствора: 0,1 г фенолфталеина растворяют в 70 мл спирта и добавляют 30 мл воды.

Раствор крахмала

В качестве индикатора в йодометрии применяются 1%-ный, 0,5%-ный и 0,2%-ный растворы.

Приготовление растворов: взвешивают соответственно 1,0; 0,5 или 0,2 г растворимого крахмала и тщательно растирают в ступке с 10 мл воды комнатной температуры. Полученную взвесь при перемешивании вливают в 90 мл кипящей воды и кипятят 2–3 мин. По охлаждению и отстаиванию в течение суток раствор, если в нем имеются сгустки, фильтруют. Тщательно приготовленный раствор представляет собой прозрачную или слабо опалесцирующую жидкость. Пять миллилитров крахмала

должны давать с 2 каплями 0,1 н йода синюю окраску. Если окраска раствора крахмала при добавлении йода становится красно-бурой, раствор непригоден для использования. Раствор крахмала следует добавлять в конце титрования, когда основная часть йода уже оттитрована и раствор принял соломенно-желтую окраску. В противном случае синяя окраска йода долго не исчезает.

Приготовление дистиллированной воды, используемой при трилонометрическом анализе

При трилонометрическом анализе предъявляются особые требования к воде, применяемой для приготовления растворов и разбавления проб анализируемой воды (при определении жесткости). Дистиллированная вода не должна содержать металлов, катионы которых взаимодействуют с трилоном Б (особенно меди), поэтому рекомендуется пользоваться водой, перегнанной в стеклянном аппарате. Качество дистиллированной воды проверяют следующим образом: к 100 мл дистиллированной воды добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора и 5–7 капель индикатора кислотного хром темно-синего. При получении голубой с сиреневым оттенком окраски вода может быть использована для анализов. Появление розовой окраски указывает на недостаточную чистоту воды. Такую воду следует еще раз перегнать в стеклянном аппарате, а лучше очистить Н-катионированием.

При анализах вод с очень малой жесткостью, порядка нескольких микрограмм-эквивалентов в литре, дистиллированную воду целесообразно декатионировать дважды. При такой обработке получается вода, лишенная даже следов катионов, взаимодействующих с трилоном Б и индикаторами.

Аммиачный буферный раствор

Вариант I: 20 г хлорида аммония (х. ч.) растворяют в дистиллированной воде, добавляют 100 мл 25%-ного аммиака и доводят объем раствора дистиллированной водой до 1000 мл в мерной колбе; рН раствора 9–10 (проверяют с помощью рН-метра).

Этот же буферный раствор готовят и иначе: 100 мл 20%-ного раствора хлорида аммония смешивают со 100 мл 25%-ного раствора аммиака и доводят объем смеси дистиллированной водой до 1000 мл в мерной колбе. Полученный раствор хорошо перемешивают и хранят в плотно закрытой склянке во избежание потерь аммиака.

Вариант II: 54 г хлорида аммония растворяют в 200 мл дистиллированной воды, добавляют 350 мл 25%-ного водного раствора аммиака и доводят объем раствора до 1000 мл дистиллированной водой в мерной колбе. рН раствора 9,5–10 (проверяют с помощью рН-метра, пользуясь стеклянным электродом в качестве индикаторного и хлорсеребряным в качестве электрода сравнения).

Вариант III: 67,5 г хлорида аммония растворяют в 200 мл дистиллированной воды, фильтруют, прибавляют 570 мл 25%-ного водного раствора аммиака, доливают дистиллированной водой до 1000 мл и хорошо перемешивают; рН раствора 10 (проверяют с помощью рН-метра).

Приготовление раствора солянокислого гидроксилamina: растворяют 1 г солянокислого гидроксилamina в дистиллированной воде и доводят объем раствора до 100 мл в мерной колбе.

Приготовление раствора сульфида натрия: растворяют 2–5 г сульфида натрия в дистиллированной воде (при анализе вод с малой и очень малой жесткостью используют декатионированную воду) и доводят объем до 100 мл в мерной колбе. Раствор хранят в парафиненной склянке или сосуде из плексигласа. Готовят такой раствор на срок не более двух недель.

Растворы трилона Б (комплексона III)

Трилон Б (комплексон III) – 2-водная натриевая соль этилендиаминтетрауксусной кислоты. Молекулярная масса – 372,24.

В трилонометрии наиболее часто применяют 0,1; 0,05 и 0,1 н растворы трилона Б. Минимальная концентрация трилона Б, при которой визуально улавливается изменение окраски в точке эквивалентности 0,002 н. Для приготовления 0,1 н раствора 18,613 г (для 0,05 н раствора – 9,307 г; для 0,01 н раствора – 1,86 г) трилона Б, ч.д.а., растворяют в 500–700 мл дистиллированной воды, фильтруют, если необходимо, доводят дистиллированной водой до 1000 мл в мерной колбе и тщательно перемешивают.

Титр раствора трилона Б желательно устанавливать по катионам тех металлов, для определения которых он предназначен. При этом необходимо помнить, что в реакциях с трилоном Б эквивалентная масса кальция, магния, цинка, меди, железа, алюминия, никеля, марганца, независимо от валентности, равна половине атомной массы.

При использовании растворов трилона Б для определения жесткости воды титр устанавливают по фиксаналу сульфата магния, который входит в набор реактивов для определения жесткости воды. Для этого со-

держимое одной ампулы растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1000 мл. При этом получают 0,01 н раствор сульфата магния.

Для установки титра растворов трилона Б разной нормальности берут различные объемы 0,01 н раствора соли магния: для 0,1 н раствора – 100 мл; для 0,05 н – 50 мл; для 0,01 н – 10 мл. Объем взятого раствора соли магния доводят дистиллированной водой до 100 мл, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 5–7 капель раствора индикатора эриохром черного Т или кислотного хром темно-синего, перемешивают и медленно титруют раствором трилона Б соответствующей нормальности до отчетливого изменения цвета раствора из винно-красного в синий при первом индикаторе и из красного в синеvато-сиреневый – при втором.

При установке титра 0,01 н раствора трилона Б пользуются индикатором кислотным хром темно-синим, как более чувствительным.

Растворы трилона Б устойчивы. Их можно хранить несколько месяцев (за 4 месяца хранения титр 0,1 н раствора изменяется не более чем на 0,6 %). При хранении и работе растворы трилона Б не нуждаются в предохранении от углекислоты воздуха. Титр раствора трилона Б можно установить также по 0,1 н раствору хлорида цинка.

Приготовление 0,05 н раствора хлорида магния: 5,085 г хлорида магния растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1000 мл в мерной колбе. Поправочный коэффициент к нормальности устанавливают по точному раствору трилона Б.

Приготовление 0,1 н раствора хлорида цинка: 3,269 г чистого гранулированного цинка растворяют в 30 мл разбавленной 1:1 соляной кислоты в 1000 мл мерной колбе. После растворения раствор охлаждают и разбавляют дистиллированной водой до метки. При этом получают 0,1 н раствор. В случае неточной навески цинка взятую навеску делят на 3,269 и устанавливают таким образом поправочный коэффициент к 0,1 н раствору хлорида цинка.

Кислотный хром темно-синий

Приготовление раствора: 0,5 г кислотного хрома темно-синего растворяют в 20 мл аммиачного буферного раствора и доводят до 100 мл 96 %-ным этиловым спиртом. При титровании трилоном Б красная окраска (цвет комплекса кальция или магния с индикатором) переходит в синеvато-сиреневую (цвет свободного индикатора) в точке эквивалентности; рН среды при титровании должен находиться в пределах 9–10. Чувствительность индикатора (визуально определяемый минимум) для

кальция 2 мкг-экв/л, для магния 1 мкг-экв/л. Хранят раствор индикатора в склянке из темного стекла (не более двух недель).

Твердая (сухая) индикаторная смесь: 0,1 г индикатора тщательно растирают в агатовой ступке с 10 г химически чистого хлорида натрия или хлорида калия. При титровании прибавляют 0,2–0,3 г этой смеси и перемешивают до растворения порошка. Смесь хранят в герметически закрытой темной банке со вставленной в пробку палочкой-лопаточкой.

Эриохром черный Т

Приготовление раствора: 0,5 г эриохрома черного Т растворяют в 20 мл аммиачного буферного раствора и доводят объем до 100 мл в мерной колбе 96 %-ным этиловым спиртом. При титровании трилоном Б красная окраска (цвет комплекса кальция или магния с индикатором) переходит в синюю (цвет свободного индикатора) в точке эквивалентности. Раствор индикатора хранят 10–12 дней в герметически закрытых склянках из темного стекла.

Сухая индикаторная смесь: 0,1 г эриохрома черного Т растирают в агатовой ступке с 10 г химически чистого хлорида натрия или хлорида калия в тонкий порошок. Хранят смесь в герметически закрытой банке из темного стекла со вставленной в пробку палочкой-лопаточкой. Смесь пригодна к употреблению в течение 10–12 месяцев. Для титрования берут 0,2–0,3 г смеси. Окраска анализируемого раствора при титровании с сухой индикаторной смесью изменяется так же, как и с раствором индикатора.

Флуорексон

Сухая смесь: 1 г флуорексона тщательно растирают в агатовой ступке с 99 г безводного хлорида калия. Индикаторную смесь хранят в сосуде с притертой крышкой в темном месте.

Вопросы для самостоятельной работы

1. Химическая технология как научная основа химического производства, ее особенности. Понятие уровня протекания процесса в химическом производстве.
2. Структура и особенности химической промышленности. Классификация продукции.
3. Рациональное размещение химической промышленности, ее состояние в РФ.
4. Направления научно-технического прогресса в химической промышленности.
5. Классификация химического сырья.
6. Ресурсы и рациональное использование химического сырья.
7. Подготовка химического сырья к переработке.
8. Количественные показатели процесса обогащения химического сырья.
9. Механические, химические и физико-химические методы обогащения сырья.
10. Энергоемкость производства и источники энергии в химической промышленности. Вторичные энергоресурсы.
11. Новые виды энергии в химической промышленности. Рациональное использование энергии.
12. Использование воды в химическом производстве. Три схемы водооборотных циклов.
13. Источники водоснабжения химических производств. Характеристики технологической воды.
14. Схема промышленной водоподготовки.
15. Обессоливание воды методом ионного обмена и электролизом.
16. Физические и химические методы умягчения воды.
17. Основные технико-экономические показатели химического производства.
18. Материальные потоки и материальный баланс.
19. Энергетический баланс. Тепловые вклады в тепловой баланс.
20. Содержание химико-технологического процесса.
21. Скорость химических реакций в гомогенных и гетерогенных системах.
22. Движущая сила процесса для необратимых и обратимых реакций.
23. Повышение скорости химической реакции.
24. Общая скорость химического процесса. Кинетическая и диффузионная области протекания гетерогенного химического процесса.
25. Условия устойчивого равновесия.

26. Равновесная степень превращения для реакций 1-го и 2-го порядка.
27. Влияние температуры, давления и концентрации на смещение равновесия.
28. Общая характеристика и классификация процессов химической технологии.
29. Гидромеханические процессы химической технологии.
30. Тепловые процессы химической технологии.
31. Массообменные процессы химической технологии.
32. Классификация каталитических процессов.
33. Элементарные стадии химических реакций на поверхности катализатора.
34. Технологические характеристики катализаторов.
35. Устройство контактных аппаратов, показатели их работы.
36. Химико-технологическая система. Структура химического производства.
37. Моделирование химико-технологических систем.
38. Способы изображения схем химико-технологических систем.
39. Технологические связи в химико-технологических системах.
40. Организация химико-технологического процесса: выбор схемы и параметров процесса.
41. Управление химическим производством.
42. Связанный азот и его получение. Свойства и применение аммиака.
43. Свойства, применение и получение азотной кислоты
44. Свойства, применение и способы получения серной кислоты.

Библиографический список

1. **Игнатенков, В.И.** Примеры и задачи по общей химической технологии. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2005. – 199 с.
2. **Бесков, В.С.** Общая химическая технология. – М.: ИКЦ «Академкнига», 2005. – 452 с.
3. **Соколов, Р.С.** Практические работы по химической технологии. – М.: Владос, 2004. – 271 с.
4. **Кондауров, Б.П.** Общая химическая технология. – М.: Издательский центр «Академия», 2005. – 336 с.
5. **Соколов, Р.С.** Химическая технология. В 2 т. Т.1: Химическое производство в антропогенной деятельности. Основные вопросы химической технологии. Производство неорганических веществ. – М.: Владос, 2000. – 368 с.
6. **Соколов, Р.С.** Химическая технология. В 2 т. Т.2: Metallургические процессы. Переработка химического топлива. Производство органических веществ и полимеров. – М.: Владос, 2000. – 368 с.
7. **Основы химической технологии** / Под ред. И.П.Мухленова. – М.: Высшая школа, 1991. – 335 с.
8. **Мухленов, И.П.** Общая химическая технология. В 2 т. Т.1: Теоретические основы химической технологии. / И.П. Мухленов, А.Я. Авербух, Е.С. Тумаркина, И.Э. Фумер – М.: Высшая школа, 1984. – 256 с.
9. **Мухленов, И.П.** Общая химическая технология. В 2 т. Т.2: Важнейшие химические производства. / И.П. Мухленов, А.Я. Авербух, Е.С. Тумаркина, И.Э. Фумер – М.: Высшая школа, 1984. – 263 с.
8. **Кутепов, А.М.** Общая химическая технология. / А.М. Кутепов, Т.И. Бондарева, М.Г. Беренгартен – М.: Высшая школа, 1985. – 448 с.
9. **Мухленов, И.П.** Расчеты химико-технологических процессов. – Л.: Химия, 1982. – 248 с.
10. **Кафаров, В.В.** Принципы математического моделирования химико-технологических процессов. – М.: Химия, 1982. – 352 с.
11. **Кислицин, А.Н.** Пиролиз древесины: химизм, кинетика, продукты, новые процессы. – М.: Лесная промышленность, 1990. – 312 с.
12. **Непенин, Н.Н.** Технология целлюлозы. – М.: Лесная промышленность, 1990. – 600 с.
13. **Правилова Т.А.** Химический контроль производства сульфатной целлюлозы. – М.: Лесная промышленность, 1984. – 256 с.

Оглавление

Предисловие.....	3
Химический анализ воды.....	4
Лабораторная работа 1. Определение общего содержания взвешенных веществ в воде.....	6
Лабораторная работа 2. Определение общего содержания растворенных в воде примесей.....	6
Лабораторная работа 3. Определение общего содержания растворенных в воде минеральных примесей	7
Лабораторная работа 4. Определение цветности воды (фотоколориметрический метод).....	7
Лабораторная работа 5. Определение величины рН воды.....	8
Лабораторная работа 6. Определение окисляемости воды перманганатным методом.....	9
Лабораторная работа 7. Определение общей жесткости воды трилонометрическим методом.....	10
Лабораторная работа 9. Определение содержания железа в воде...	13
Лабораторная работа 10. Определение содержания хлоридов в воде аргентометрическим методом.....	15
Лабораторная работа 11. Определение сульфатов в воде.....	16
Лабораторная работа 12. Определение содержания ионов натрия в воде.....	18
Лабораторная работа 13. Весовое определение содержания всех силикатов в воде.....	18
Методики приготовления отдельных растворов и индикаторов.....	20
Вопросы для самостоятельной работы.....	31
Библиографический список.....	33