

Визначення вмісту кисню у воді

1. Йодометричне визначення вмісту кисню у воді.
2. Визначення окисності води (ХСК).
3. Біохімічне споживання кисню.

Природна вода знаходиться у постійній взаємодії з навколишнім середовищем. O_2 газ б/к, б/з, б/с, погано розчинний у воді: при $20^\circ C$ в 100 об'ємах води розчиняється ≈ 3 об'єми O_2 , вміст якого в воді чітко регламентується.

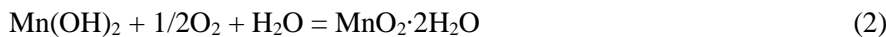
Вміст розчиненого кисню визначають переважно у чистій воді, або у стічних водах після очистки перед спуском у водоймище. Вміст кисню не повинен бути нижчим мінімально допустимої концентрації (МДК): 6 мг/л для риб вищої цінності або 4 мг/л для інших.

Визначення вмісту кисню у стічних водах має значення також для оцінки їх корозійних властивостей.

Вміст розчиненого у воді кисню можна визначити йодометричним методом ($C(O_2) > 0,2-0,3$ мг/л) або калориметричним ($C(O_2) < 0,2$ мг/л).

Йодометричне визначення O_2

До проби, що аналізують, вводять сіль Mn (II) та луг, при цьому утворюється осад $Mn(OH)_2$, який окислюється киснем води:



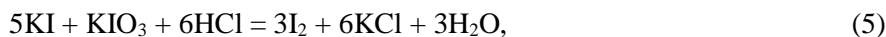
Цей осад відновлюється та розчиняється в суміші H_2SO_4 та KI:



інд. Крохмаль змінює колір від синього до безбарвного.

Для аналізу беруть дві проби одного об'єму. У першу послідовно додають розчин солі мангану (II), лужний розчин йодиду, йодату, кислоту.

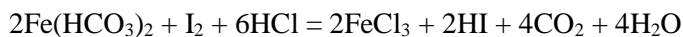
При цьому в розчині відбуваються реакції 1, 2, 3, а також у цій пробі:



Якщо у воді є відновники, то води в кислому середовищі будуть окислювати йодид:



За наявності у воді відновників частина утвореного йоду прореагує з ними. Наприклад:



Таким чином, кількість виділеного йоду еквівалентна сумі розчиненого у воді кисню, йодату та окислювачів за винятком витрати частини I_2 на взаємодію з відновниками:

$$[I_2]_1 = [O_2] + [O_R] + [IO_3^-] - [red]$$

Ці ж реактиви, але у зворотній послідовності, кислота, розчин KI, KIO_3 , сіль мангану (II), додають у другу пробу води. У кислому середовищі реакції 1, 2, 3 не відбувається. Таким чином, кількість виділеного I_2 у другій пробі еквівалентна сумі йодату, окислювачів за винятком відновників:

$$[\text{I}_2]_2 = [\text{O}_R] + [\text{IO}_3^-] - [\text{red}]$$

Різниця $[\text{I}_2]_1 - [\text{I}_2]_2$ еквівалента розчиненому у воді O_2 .

$$m_e(\text{O}_2) = 1\text{O}_2 - 2\text{MnO}_2 - 2\text{I}_2 - 4\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$$

$$m_e(v_2) = M/4(1/z = 1/4)$$

Методика йодометричного визначення кисню у поверхневих водах

Кисневу склянку ополіскують 2-3 рази і наповнюють досліджуваною водою з батометра за допомогою гумової трубки. Трубка при цьому повинна торкатися дна склянки. Продовжувати наповнення склянки доти, доки не виллється 250-300 мл води. Склянка повинна бути наповнена до країв і не мати у середині на стінках пухирців повітря.

У склянку піпеткою додають 2 мл хлористого марганцю і 2 мл лужного розчину йодистого калію (при цьому необхідно користуватися окремими піпетками для кожного реактиву). Піпетку занурюють до половини склянки і по мірі виливання розчину піднімають догори. Склянку закривають корком, щоб не залишалося пухирців повітря і вміст перемішують.

Осаду, що утворився, дають відстоятися не менш 10 хв і не більше доби. Доливають 5 мл розчину H_2SO_4 . Піпетку занурюють до осаду і повільно підіймають догори.

Витиснута зі склянки прозора рідина для аналізу значення не має. Склянку закривають корком і вміст ретельно перемішують. Відбирають піпеткою 100 мл розчину і переносять його в колбу на 250 мл.

Розчин титрують 0,02 н розчином тіосульфату доти, доки він не стане світло-жовтим. Потім додають 1 мл свіжо приготовленого розчину крохмалю і продовжують титрування до зникнення синього забарвлення.

Обчислення результатів вимірювання

Вміст розчиненого кисню у (мг O /л) визначають за формулою:

$$\tilde{O}_n = \frac{V \cdot N \cdot 8 \cdot 1000}{100}$$

де N – нормальність розчину тіосульфату,

V – кількість мл тіосульфату, витраченого на титрування ,

8 – атомарна маса Оксигену,

1000 – коефіцієнт об'ємного і масового перерахунку одиниць (із грамів у міліграми),

100 – об'єм досліджуваної проби води.

Ступінь насичення води киснем обчислюють за формулою:

$$O_2 \% = \frac{C \cdot 100}{C_o}$$

де С – концентрація кисню мг/л

C_0 – нормальна концентрація кисню для температури, виміряної при взятті зразка та атмосферному тиску 760 мм рт. ст.

Тести для самоконтролю

1. При визначенні кисню у природній воді застосовують метод титриметричного аналізу:

- а) йодометрію;
- б) аргентометрію;
- в) комплексонометрію;
- г) алкаліметрію;
- д) меркуриметрію.

2. Натрій тіосульфат визначають способом прямого йодометричного титрування. У якості індикатора використовують крохмаль. Указати ознаку, за якою визначають кінцеву точку титрування:

- а) поява червоного забарвлення;
- б) випадіння білого осаду;
- в) поява синього забарвлення;
- г) випадіння бурого осаду;
- д) знебарвлення розчину.

3. Для стандартизації титрованого розчину натрій тіосульфату використовують первинний стандарт:

- а) калій перманганат;
- б) натрій хлорид;
- в) калій дихромат;
- г) натрій тетраборат;
- д) щавлеву кислоту.

4. Вміст калій дихромату в розчині визначають йодометричним методом. Указати титрант методу йодометрії при визначенні сильних окисників:

- а) натрій гідроксид;
- б) натрій тіосульфат;
- в) калій бромат;
- г) калій йодид;
- д) калій перманганат.

5. Указати спосіб титрування при стандартизації розчину натрій тіосульфату стандартним розчином калій дихромату:

- а) пряме титрування в лужному середовищі;
- б) пряме титрування в сильноокислому середовищі;
- в) титрування замісника;
- г) зворотне титрування в кислому середовищі;
- д) зворотне титрування в лужному середовищі.

6. Указати редокс-пару, до якої $J_2/2J^-$ є відновником ($E^0 J_2/2J^- = 0,54$ В):

- а) $Cl_2 + 2e^- \rightarrow 2Cl^-$, $E^0 = 1,36$ В;
- б) $SO_4^{2-} + 8H^+ + 6e^- \rightarrow S + 4H_2O$, $E^0 = 0,36$ В;
- в) $Sn^{2+} - 2e^- \rightarrow Sn^{4+}$, $E^0 = 0,15$ В;
- г) $2S_2O_3^{2-} - 2e^- \rightarrow S_4O_6^{2-}$, $E^0 = 0,09$ В;
- д) $2H^+ + 2e^- \rightarrow H_2$, $E^0 = 0,0$ В.

7. Пояснити, чому натрій тіосульфат не можна використовувати у кислому середовищі:

- а) окиснюється до SO_4^{2-} -іонів;
- б) посилюється гідроліз;
- в) розкладається з виділенням сульфуру;
- г) утворюються $S_4O_6^{2-}$ -іони;

д) рН розчину змінюється в лужний бік.

8. Йодометричний метод аналізу заснований на використанні окисно-відновних властивостей системи $[I_3]^-/3I^-$. Указати, які речовини можна визначити способом титрування замісника:

- а) сильні електроліти;
- б) сильні відновники;
- в) органічні кислоти;
- г) сильні окисники;
- д) слабкі відновники.