

Визначення окиснюваності води

Хімічне споживання кисню (ХСК)

Для характеристики кількості органічної речовини, що знаходиться в воді, прийнята величина так званої окислюваності води. Окислюваність води – це кількість міліграмів кисню, що необхідно на окислювання органічної речовини в 1 л води.

Під окиснюваністю води розуміють кількість атомарного Оксигену, необхідного для окиснення всіх відновників у воді. Відновниками можуть бути неорганічні речовини (іони Fe^{2+} , NO_2^- , H_2S та ін.), так і органічні речовини (органічні сульфіді та дисульфіді, фенол, меркаптани і т.д.).

Органічна речовина в природних водах – це продукти рослин і тварин, що населяють водне середовище. Органічна речовина складається головним чином з вуглецю, кисню й водню при дуже малій кількості азоту, фосфору, сірки, калію й деяких інших елементів.

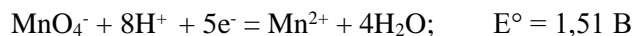
Виділяють наступні градації окислювання річкових вод (мг $\text{O}_2/\text{л}$):

- дуже мала до 2
- мала 2-5
- середня 5-10
- підвищена 10-20
- висока 20-30
- дуже висока – вище 30

Найбільші значення окислювання властиві річковим водам, які мають багато гумусових речовин.

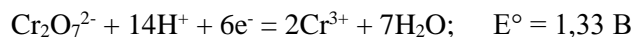
Виділяють перманганатну окислюваність за окисником перманганатом калію (KMnO_4) і біхроматну окислюваність за окисником біхроматом калію ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$).

Експериментально окиснюваність води визначають за допомогою окисників KMnO_4 , $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.



Недоліком використання KMnO_4 є те, що при t° $\text{KMnO}_4 \rightarrow \text{MnO}_2$ і як каталізатор MnO_2 допускає розкладання KMnO_4 .

Кращі результати досягаються при використанні $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.



Методика визначення (ХСК) у поверхневих водах

Об'єм відібраної проби 500 мл

Хід визначення

I. Встановлення концентрації солі Мора

10 мл 0,25 н розчину $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ $\xrightarrow{+ \text{H}_2 \text{O}}$ до 100 мл

+ 10 мл H_2SO_4 (конц); охолоджують до кімнатної температури

Титрують розчином солі Мора при додаванні 2-3 крапель фероїну до зміни забарвлення (зелене \rightarrow червонувато-синє)

Обчислюють нормальність розчину амоній-залізо(II) сірчаноокислого (солі Мора):

$$N_{с.Мора} = \frac{N_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}}{V_{с.Мора}}$$

II. Пробу води відстоюють і відбирають верхній прозорий шар

III. Аналіз проби води:

10 см³ проби
+ 5 см³ 0,25 н розчину калію дихромовоокислого
+ 0,2 г сульфату ртуті (II)
+ 30 см³ (циліндром) концентрованої сірчаної кислоти
накриваємо лійкою з закритим ваткою носиком нагріваємо вище 100° С
охолоджують суміш до кім. температури (2-3 хв.)
додають 100 см³ дист. води
2-3 краплини розчину фероїну
Титрують розчином залізо(II) сірчаноокислого до зміни забарвлення індикатора
для фероїну – (від зеленого до червонувато-синього)

IV. Паралельно проводимо контрольний дослід (холоста проба- 10 мл H₂O)

V. Обчислення результатів вимірювання

Величини ХСК поверхневих вод (X_n) в мг/дм³ обчислюють за формулою

$$X_n = \frac{(a - b) \cdot K \cdot N_{с.Мора} \cdot 8 \cdot 1000}{V}$$

а- об'єм титрованого розчину амоній-залізо(II) сульфату, що витрачений на холостий дослід,
см³

б- об'єм титрованого розчину амоній-залізо(II) сульфату, що витрачений на титрування проби,
см³

V- об'єм проби, що взяли для визначення, см³

K- поправка до 0,25М розчину амоній-залізо(II) сульфату, яка дорівнює відношенню дійсної її
концентрації до номінальної.

8 – кількість кисню, що еквівалентна 1 молю амонію-залізо(II) сірчаноокислого, мг

N – молярна концентрація еквіваленту амонію-залізо(II) сірчаноокислого, н

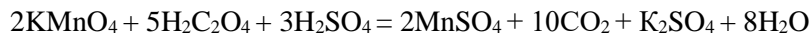
1000 – коефіцієнт об'ємного і масового перерахунку

Перманганатометричний метод

Метод заснований на обробці води розчином KMnO₄ у кислому середовищі:



Утворений атомарний O окиснює органічні та неорганічні відновники, які знаходяться у пробі
води. Кількість кисню, яку затрачено на окиснення, визначають за взаємодією надлишку KMnO₄ з
щавлевою кислотою:



Хід аналізу

Готують 2 проби – дослідну та контрольну для визначення кількості KMnO_4 , необхідного для окиснення відновників у дистильованій воді.

До 100 мл досліджуваної проби води додають 2-3 капіляри, додають 5 мл розчину H_2SO_4 (1:3) і нагрівають. На початку кипіння в пробу додають піпеткою 10 мл 0,01 н розчину KMnO_4 , закривають колбу пробкою-холодильником і після цього кип'ятять 10 хв.

Якщо під час кипіння рожеве забарвлення в колбі, властиве перманганату, зникає, то визначення треба повторити спочатку, розбавивши досліджувану пробу бідистилятом.

По закінченню кип'ятіння пробу охолоджують, додають 0, 5 г сухого КІ і йод, що виділився, титрують 0,01 н розчином $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, поки розчин не набуде солом'яно-жовтого кольору. Потім додають 1 мл крохмалю і продовжують титрувати до знебарвлення розчину. Аналогічно проводять контрольне визначення з 100 мл бідистиляту.

Величина перманганатної окиснюваності X_n у $\text{mgO}_2/\text{л}$ розраховується за формулою:

$$X_n = \frac{(a - b) \cdot K \cdot N_{c.Мора} \cdot 8 \cdot 1000}{V},$$

де а- об'єм титрованого розчину тіосульфату, що витрачений на холостий дослід, cm^3

б- об'єм титрованого розчину тіосульфату, що витрачений на титрування проби, cm^3

V- об'єм проби, що взяли для визначення, cm^3

8 – кількість кисню, що еквівалентна 1 молю натрію тіосульфату, мг

N – молярна концентрація еквіваленту тіосульфату, н

1000 – коефіцієнт об'ємного і масового перерахунку

Тести для самоконтролю

1. Вибрати правильну характеристику для титранту калій перманганату:

а) стійкий декілька років, не розкладається при нагріванні до 100°C , окисні властивості залежать від рН середовища та природи кислоти;

б) нестійкий, розкладання посилюється на світлі, при нагріванні, під дією кислот та лугів, титр встановлюється не одразу;

в) стійкий тривалий час та інертний відносно до дії хлоридної кислоти;

г) малостійкий, оскільки розчинена речовина летка, окиснюється киснем повітря, особливо на світлі;

д) стійкий необмежено довго, речовину можна очистити кристалізацією.

2. Гідроген пероксид H_2O_2 визначають методом перманганометрії у сильноокислому середовищі. Указати кислоту, за допомогою якої можна створювати середовище при перманганометричному визначенні:

а) CH_3COOH ;

б) H_2SO_4 ;

в) HNO_3 ;

г) H_3PO_4 ;

д) HCl .

3. Указати пару речовин, які можна застосовувати для стандартизації 0,1 н розчину KMnO_4 :

а) KHC_2O_4 , HCOOH ;

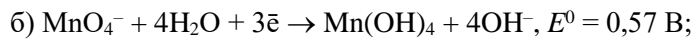
б) K_2CO_3 , CH_3COOH ;

в) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;

г) CH_3COOK , $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;

д) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$, CH_3COOH .

4. Використовуючи значення стандартних окисно-відновних потенціалів напівреакцій відновлення, визначити напівреакцію, у якій сполука мангану є найбільш сильним окисником:



5. Указати речовину, яку можна визначити методом перманганометрії способом зворотного титрування:

- а) Na_2CO_3 ;
- б) $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- в) $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \times \text{FeSO}_4 \times \text{H}_2\text{O}$;
- г) $\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_4$;
- д) $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$.

6. Указати кислоту, у присутності якої проводять перманганометричне титрування:

- а) сульфатна;
- б) нітратна;
- в) хлоридна;
- г) оцтова;
- д) фосфатна.

7. Вибрати, як визначають кінцеву точку титрування в методі перманганометрії:

- а) за допомогою редокс-індикатора дифеніламіну;
- б) за допомогою специфічного індикатора ферум (III) тіоціанату;
- в) за допомогою специфічного індикатора крохмалю;
- г) за допомогою кислотно-основного індикатора метилового червоного;
- д) безіндикаторним методом.

8. Указати, як визначають кінцеву точку титрування в методі перманганометрії:

- а) за утворенням комплексної сполуки індикатора з титрантом;
- б) за появою забарвлення розчину, зумовленого надлишком титранту;
- в) за утворенням малорозчинної сполуки індикатора з титрантом;
- г) за утворенням малорозчинної сполуки індикатора з досліджуваною речовиною;
- д) за зникненням забарвлення розчину, зумовленого надлишком титранту.