

Министерство образования и науки Украины
Севастопольский национальный технический университет

ОПРЕДЕЛЕНИЕ РАСТВОРЕННОГО КИСЛОРОДА

Методические указания

к лабораторной работе по дисциплине
«Основы химического анализа в экологии»
для студентов специальности 7.070801
«Экология и охрана окружающей среды»
очной и заочной форм обучения

Севастополь
2008

2

УДК 504.06 (075.8)

Определение растворенного кислорода: Методические указания к лабораторной работе по дисциплине «Основы химического анализа в экологии» для студентов специальности 7.070801 «Экология и охрана окружающей среды» очной и заочной форм обучения /Сост. Е.А.Борисова. – Севастополь: Изд-во СевНТУ, 2008. - 8с.

Цель методических указаний: оказание помощи студентам очной и заочной форм обучения в освоении дисциплины «Основы химического анализа в экологии». Излагаются основные теоретические сведения об определении очень важного параметра – растворенного в воде кислорода; указан порядок выполнения лабораторной работы по определению кислорода йодометрическим методом Винклера, требования к отчету и контрольные вопросы.

Методические указания предназначены для студентов очной и заочной форм, обучающихся по специальности 7.070801 «Экология и охрана окружающей среды».

Методические указания рассмотрены и утверждены на заседании кафедры «Прикладная экология и охрана труда» Севастопольского национального технического университета (протокол №6 от 28 декабря 2007 г.)

Допущено учебно-методическим центром СевНТУ в качестве методических указаний.

Рецензент: Сигора Г.А., канд. биол. наук, доцент кафедры ПЭОТ



СОДЕРЖАНИЕ

Введение	4
Цель работы	4
1. Теоретический раздел	4
1.1. Приходные и расходные составляющие баланса растворенного кислорода	4
1.2. Сущность метода йодометрии	5
2. Порядок выполнения экспериментальных исследований	6
2.1. Йодометрическое определение O_2 по Винклеру	6
2.2. Приборы и реактивы	6
3. Порядок выполнения теоретических расчетов	7
3.1. Пример расчета	7
4. Содержание отчета о выполнении работы	8
5. Контрольные вопросы	8
Библиографический список	8

ВВЕДЕНИЕ

Из растворенных в воде газов наибольшее значение имеют кислород (O_2) и диоксид углерода (CO_2). Присутствие O_2 в природной воде является обязательным условием жизнедеятельности гидробионтов, поэтому изучение этого параметра и контроль его содержания – очень важная практическая задача для эколога. Концентрация кислорода влияет на процессы трансформации и деструкции загрязняющих веществ антропогенного происхождения и поэтому является важной характеристикой для определения качества воды водоемов.

Цель работы: изучить и освоить способы определения концентрации растворенного в воде кислорода методом йодометрии (по Винклеру).

1. ТЕОРЕТИЧЕСКИЙ РАЗДЕЛ

1.1. Приходные и расходные составляющие баланса растворенного кислорода

На содержание кислорода, растворенного в воде, влияют две группы противоположно направленных процессов: одни обогащают воду кислородом, а другие, наоборот, уменьшают его содержание. Соотношение этих двух групп процессов и определяет содержание O_2 в воде, причем эта величина всегда стремится к достижению нормального содержания, т.е. того количества, при котором вода при данной температуре насыщена кислородом.

К процессам, обогащающим воду кислородом, т.е. приходным составляющим баланса кислорода следует отнести:

1. поступление O_2 из атмосферы;
2. выделение O_2 в процессе фотосинтеза водной растительности.

Первый процесс имеет место в том случае, когда вода ненасыщена кислородом. Этот процесс, очевидно, может происходить только в поверхностном слое водоемов, вглубь же растворенный кислород может попадать при перемешивании воды во время волнения, или при термической конвекции, или, наконец, с глубинными течениями.

Второй процесс выделения O_2 в результате фотосинтеза происходит при ассимиляции диоксида углерода (CO_2) водной растительностью (природной и фитопланктоном). Процесс фотосинтеза протекает более интенсивно при повышении температуры и хорошем освещении. Последнее зависит от прозрачности воды. При загрязнении водоема, например, нефтяными углеводородами, оба процесса обогащения воды кислородом резко снижены.

К процессам, уменьшающим содержание растворенного в воде кислорода, т.е. к расходным составляющим баланса следует отнести:

1. процессы, связанные с потреблением O_2 на окисление органического вещества в воде (гниение органических остатков, брожение);
2. процессы дыхания водных организмов;



3. выделение O₂ в атмосферу.

Первый процесс напрямую связан с загрязнением водоема органикой (нефть, фенолы и т.д.) и определяется величиной БПК₅ (биологическое потребление кислорода за 5 суток) [4,5].

Второй процесс часто снижен в эвтрофированных водоемах. Третий процесс наблюдается в том случае, когда вода при данной температуре и давлении пересыщена кислородом.

Эти процессы, в отличие от фотосинтеза, протекают в водоеме непрерывно, усиливаясь с повышением температуры.

Содержание растворенного в воде кислорода имеет значение при оценке качества поверхностных вод, некоторых сточных вод, при оценке и контроле работы станций биологической очистки, при исследовании коррозионных свойств воды и т.д.

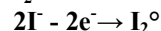
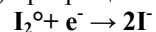
Снижение количества растворенного кислорода указывает на резкое изменение биологических процессов в водоеме, а также на загрязнение водоемов веществами, биохимически интенсивно окисляющимися. Природные факторы – атмосферное давление, температура воды, содержание в ней растворенных солей – также влияют на содержание растворенного кислорода.

Концентрация растворенного кислорода в воде водоемов санитарного водопользования (I и II категории) в пробе, отобранной до 12 часов дня должна быть не менее 4 мг/дм³ в любой период года. Эта величина может достигать 14 мг/дм³, редко превышая этот предел [1,5].

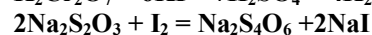
1.2. Сущность метода йодометрии

Йодометрия – метод объемного титриметрического анализа, при котором о количестве определяемого вещества судят по количеству выделяемого или поглощаемого йода.

В основе метода лежат окислительно-восстановительные реакции (ОВР) превращения свободного йода в ионы или обратно:



При определении окислителей (каковым является O₂ в нашем примере) применяют метод замещения окислителя эквивалентным количеством выделяющегося йода, который оттитровывают раствором тиосульфата натрия:



Точку эквивалентности фиксируют по обесцвечиванию синего раствора от одной избыточной капли тиосульфата.

2. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ ИССЛЕДОВАНИЙ

Йодометрическое определение O₂ по Винклеру

Принципы метода.

Метод основан на способности гидроксида марганца (II) окисляться в щелочной среде до гидроксида марганца (IV), количественно связывая при этом кислород. В кислой среде гидроксид марганца (IV) вновь переходит в двухвалентное состояние, окисляя при этом эквивалентное связанному кислороду количество йода, который оттитровывают тиосульфатом натрия.

Предел обнаружения O₂ 0,05 мг/дм³. Определению могут мешать взвешенные и органические вещества, нитриты, Fe (II), Fe (III) и др. окисляющиеся и восстанавливающиеся вещества. Их влияние необходимо устранять в ходе анализа [4,5].

Ход определения.

Процесс определения кислорода разбивается на три стадии:

1. фиксация кислорода сразу после отбора пробы в кислородную склянку;
2. растворение осадка гидроксида марганца;
3. титрование пробы тиосульфатом натрия.

Задание: определить O₂ в пробе воды в мг/дм³ или в %.

Для этого кислород фиксируют в кислородной склянке с пробой воды, выданной лаборантом. В нее вводят пипеткой 1 мл сульфата или хлорида марганца и 1 мл щелочного раствора йодида калия (KOH + KI) на 100 – 150 мл пробы. Тщательно перемешивают. К растворению осадка гидроксида марганца приступают, когда он опустится на 1/3 высоты склянки. Для этого добавляют 2 мл 20%-ой (1:4) серной кислоты или 5 мл хлористоводородной кислоты (2:1). Склянку закрывают пробкой, чтобы не было доступа воздуха. Тщательно перемешивают. Осадок гидроксида марганца, выпавший в щелочной среде, растворяется, окисляя йодистые соединения; выделившийся йод окрашивает раствор в желтый цвет.

После этого всю пробу переливают в колбу для титрования (Эрленмейера) на 250-300 мл и быстро титруют 0,02 Н раствором тиосульфата натрия при непрерывном помешивании до слабо желтого цвета, после чего прибавляют 1 мл 0,5% раствора крахмала, и продолжают по каплям титровать до исчезновения синей окраски от одной капли тиосульфата.

Рассчитывают содержание растворенного кислорода (см.п.3).

2.2. Приборы и реактивы

- кислородные склянки вместимостью 100-200мл калиброванные с



точностью до 0,1 мл;

- бюретка с автоматической установкой нуля;
- автоматическая пипетка на 1 и 2 мл;
- магнитная мешалка;
- раствор хлористого или сернокислого марганца;
- щелочно-йодидный раствор (KOH + KI);
- раствор серной кислоты 20% (1:4);
- раствор крахмала 0,5%;
- раствор тиосульфата натрия 0,02 N ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$); [1,4,5]

3. ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ ТЕОРЕТИЧЕСКИХ РАСЧЕТОВ

Содержание растворенного кислорода в воде (мг/дм^3) рассчитывают по формуле

$$X = \frac{A \cdot H \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2}, \quad (1)$$

где А – объем тиосульфата, пошедшего на титрование пробы, мл.;

Н – нормальность тиосульфата;

8 – эквивалентная масса кислорода, соответствующая 1 мл 1N тиосульфата;

V_1 – объем пробы в склянке, мл.;

V_2 – объем воды, вылившейся при введении реактивов для фиксации кислорода, мл.

Кроме абсолютного значения количества растворенного кислорода, вычисляют процент насыщения воды по отношению к нормальному содержанию кислорода при данной температуре и давлении. Для этого пользуются табличными данными [4], где приведено нормальное содержание кислорода при различной температуре, давлении 760 мм рт.ст. (0,1013 МПа) и общей минерализации воды до 1000 мг/дм^3 .

Процент насыщения воды кислородом рассчитывают по формуле

$$O_2 = \frac{A \cdot 100 \cdot P_1}{H \cdot P_2}, \quad (2)$$

где А – количество кислорода, мг/дм^3 , по анализу;

Н – нормальное количество кислорода при данной температуре и давлении (P_1) 760 мм рт.ст. или 0,1013 МПа;

P_2 – давление фактическое, мм рт.ст. или МПа.

3.1. Пример расчета

В кислородной склянке объемом 135,3 мл зафиксирован растворенный кислород. На титрование выделившегося йода пошло 10,52 мл тиосульфата, нормальность которого 0,01538, отсюда:

$$X = \frac{8 \cdot 10,52 \cdot 0,01538 \cdot 1000}{135,3 - 2} = 12,14 \text{ мг } O_2/\text{дм}^3.$$

Для вычисления O_2 в % пользуются табличными данными, учитывая параметры окружающей среды на момент отбора пробы (п.3 формула 2).

4. СОДЕРЖАНИЕ ОТЧЕТА О ВЫПОЛНЕНИИ РАБОТЫ

- 4.1. Название и цель лабораторной работы.
- 4.2. Краткие теоретические сведения.
- 4.3. Ход анализа.
- 4.4. Результаты анализа. Расчеты
- 4.5. Выводы.

5. КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 5.1. Почему важно знать содержание растворенного кислорода?
- 5.2. Какие процессы влияют на содержание O_2 в воде, обогащая или уменьшая его содержание?
- 5.3. В каких количествах содержится O_2 в природных водах?
- 5.4. В каких единицах выражают концентрацию O_2 ?
- 5.5. В чем суть метода йодометрии?
- 5.6. Принцип метода Винклера?
- 5.7. Какой метод титрования лежит в основе метода Винклера?
- 5.8. Как рассчитывается концентрация O_2 в мг/дм^3 и в %?

БИБЛИОГРАФИЧЕСКИЙ СПИСОК

1. Борисова Е.А. Основы химического анализа в экологии /Е.А.Борисова. – Севастополь: Изд-во СевГТУ, 2001. – 140 с.
2. Блинов Л.Н.Химико-экологический словарь-справочник /Л.Н.Блинов. – СПб.:Лань, 2002. – 272 с.
3. Лозановская И.Н. Экология и охрана биосферы при химическом загрязнении: учеб. пособие для хим., хим.-технол. и биол. спец. вузов / И.Н. Лозановская, Д.С. Орлов, Л.К. Садовникова. – М.: Высшая школа, 1998. – 287 с.
4. Новиков Ю.В. Методы исследования качества воды водоемов /Ю.В.Новиков, К.А.Ласточкина. – М.:Медицина, 1990. – 399 с.
5. Резников А.А. Методы анализа природных вод /А.А.Резников, Е.П.Муляковская. - М.: Недра, 1970. - 427 с.

