

Документ подписан простой электронной подписью

Информация о владельце:

ФИО: Емельянов Сергей Геннадьевич

Должность: ректор

Дата подписания: 04.10.2023 10:27:13

Уникальный программный ключ:

9ba7d3e34c012eba476ffd2d064cf2781953be730df2374d16f3c0ce536f0fc6

## МИНОБРАЗОВАНИЯ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное  
учреждение высшего образования  
«Юго-Западный государственный университет»  
(ЮЗГУ)

Кафедра фундаментальной химии и химической технологии



### **ОПРЕДЕЛЕНИЕ ПЕРМАНГАНАТНОЙ ОКИСЛЯЕМОСТИ ВОДЫ ПО МЕТОДУ КУБЕЛЯ**

методические указания по выполнению лабораторной работы студентами направления подготовки 08.03.01 Строительство

Курск – 2019

УДК 540

Составитель Е. А. Фатьянова

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *Н.В. Кувардин*

**Определение перманганатной окисляемости воды по методу Кубеля:** методические указания по выполнению лабораторной работы студентами направления подготовки 08.03.01 Строительство/ Юго-Зап. гос. ун-т; сост. Е.А. Фатьянова. - Курск, 2019. – 9 с.- Библиогр.: с. 9.

Предназначены для подготовки к выполнению лабораторной работы по теме «Определение окисляемости воды» по дисциплинам «Химия воды и микробиология», «Анализ природных и сточных вод», «Анализ природных и сточных вод».

Содержат описание методики выполнения указанной лабораторной работы, оборудование, реактивы, а также требования к оформлению отчета.

Методические указания предназначены для студентов направления 08.03.01 Строительство.

Текст печатается в авторской рецензии

Подписано в печать 22.07.19. Формат 60x84 1/16.  
Усл.печ. л. 0,5 . Уч.-изд. л. 0,4. Тираж 100 экз. Заказ. 539 Бесплатно.  
Юго–Западный государственный университет.  
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

## **ВВЕДЕНИЕ**

Методические указания предназначены для студентов направления подготовки бакалавров 08.03.01 Строительство, профиль – водоснабжение и водоотведение, изучающих дисциплины «Химия воды и микробиология» и «Анализ природных и сточных вод». Указания будут востребованы ими при подготовке к лабораторной работе, а также при непосредственном ее выполнении в ходе лабораторного практикума указанных дисциплин.

Окисляемость один из наиболее востребованных показателей, используемый для характеристики качества как природных, так и сточных вод, предоставляющий информацию о присутствии в воде окислителей, в первую очередь, органических соединений.

В описании лабораторных работ содержится перечень необходимого для выполнения работы оборудования и реактивов, ход выполнения работы, формулы для расчётов и требования к оформлению работы.

Кроме описания лабораторных работ, в методические указания включены краткий теоретический материал по данной теме, вопросы для подготовки к лабораторным занятиям и список литературы.

Использование данных методических указаний позволит полноценно подготовиться к лабораторным занятиям.

## ОКИСЛЯЕМОСТЬ ВОДЫ. СПОСОБЫ ЕЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Окисляемость - мера загрязненности воды органическими и неорганическими восстановителями, реагирующими с сильными окислителями. Выражают ее числом мг кислорода, израсходованного на окисление примесей, содержащихся в 1 л воды.

Окисляемость воды обусловлена содержанием в ней восстановителей: органических веществ (чаще всего гумуса в природной воде) и неорганических веществ ( $\text{H}_2\text{S}$ ,  $\text{SO}_3^{2-}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  и др.).

Результаты определения окисляемости одной и той же воды с использованием разных окислителей будут отличаться в связи с неодинаковой степенью окисляемостью различных веществ, присутствующих в воде. Поэтому все методы определения окисляемости условны.

Окисляемость воды является важной гигиенической характеристикой воды: чем выше окисляемость, тем хуже ее качество. Загрязнение и, как следствие, окисляемость природных вод является переменной величиной и колеблется в широких пределах. Окисляемость артезианских и чистых грунтовых вод колеблется в пределах 1-3 мг  $\text{O}_2/\text{л}$ , чистых озерных вод - 5-8 мг  $\text{O}_2/\text{л}$ , речных вод - 1-60 мг  $\text{O}_2/\text{л}$ , болотных вод доходит до 400 мг  $\text{O}_2/\text{л}$ .

Резкое повышение окисляемости воды служит сигналом о загрязнении источника бытовыми отходами. Вода считается пригодной для питьевых целей, если окисляемость не превышает 3 мг  $\text{O}_2/\text{л}$ .

Теоретически окисляемость можно рассчитать по стехиометрическим уравнениям, если известен химический состав примесей, содержащихся в воде. Реально это не представляется возможным.

Однако анализ концентраций всех органических веществ в воде представляет значительные трудности, поэтому определяют суммарный ХПК опытным путем.

Экспериментально окисляемость определяют двумя методами:

- а) перманганатным (окислитель -  $\text{KMnO}_4$ ).
- б) бихроматным (окислитель -  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ).

Наиболее полное окисление органических веществ, содержащихся в воде, происходит при использовании бихромата калия  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  в качестве окислителя, поэтому этот метод является арбитражным для определения окисляемости воды. Бихроматное опре-

деление окисляемости воды называют химическое потребление кислорода (ХПК). Его применяют также для определения окисляемости тех вод, где окисляемость достигает 100 мг O<sub>2</sub>/л и более высоких значений. Метод можно использовать для анализа вод, окисляемость которых лежит в интервале 20 – 100 мг O<sub>2</sub>/л при условии разбавления раствора бихромата калия в 10 раз, т.е. до концентрации 0,025н. При этом сильно страдает воспроизводимость результатов.

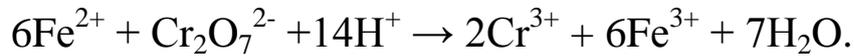
В связи с тем, что данный метод продолжительный по времени, он является неудобным для проведения массового контроля работы очистных сооружений. Существует ускоренный метод определения ХПК, предназначенный для постоянных ежедневных анализов, проводимых для контроля очистных сооружений или состояния воды в водоеме. Однако периодически проверять результаты с использованием арбитражного метода, Рекомендуется проводить параллельное определение обоими методами для получения приблизительного коэффициента пересчета. Результаты при ускоренном методе получаются более низкими, чем при арбитражном. Расхождения особенно велики, если в пробе содержатся трудно окисляемые соединения, такие, как бензол, уксусная кислота и другие соединения.

В бихроматном методе используют способ титрования по остатку, согласно которому в анализируемый раствор добавляют реагирующее с ним вещество, взятое в заведомом избытке и точно известном количестве. Оставшееся непрореагировавшее вещество оттитровывают. По разнице определяют содержание примесей. В методе определения ХПК к анализируемой пробе воды для создания сернокислой среды добавляют концентрированную серную кислоту, взятую в 50%-ном соотношении от общего объема смеси, и строго измеренный объем раствора бихромата калия, взятый в избытке по отношению к примесям - восстановителям. Для большей полноты окисления органических соединений в пробу добавляют сульфат серебра в качестве катализатора. При окислении примесей в воде бихромат-ион восстанавливается согласно уравнению:



В пробу объемом 20 мл добавляют 10 мл 0,25 н. раствора би-

хромата калия, 30 мл концентрированной серной кислоты. Реакцию проводят при кипении в течение 2 часов. В пробу добавляют 100 мл дистиллированной воды, индикатор ферроин или N-фенилантраниловая кислота. Остаток бихромата оттитровывают раствором соли Мора  $\text{FeSO}_4 \cdot (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ :



Зная объем соли железа (II), можно найти объем бихромата калия, израсходованный на окисление примесей в воде, и рассчитать ХПК:

$$\text{ХПК} = \frac{(V_1 - V_2) \cdot C_n \cdot 8 \cdot 1000}{V_B}$$

где  $V_1$  - объем раствора соли железа в холостом опыте, мл;

$V_2$  - объем раствора соли железа в эксперименте, мл;

$C_n$  - нормальность соли железа (II), моль-экв/л;

8 - эквивалентная масса кислорода;

$V_B$  - объем анализируемой воды, мл.

Общая окисляемость – это кислородный эквивалент всех веществ, кроме хлорид-ионов, окисляющихся в условиях проведения эксперимента. Также определяют окисляемость с поправкой - кислородный эквивалент всех органических веществ. Она является характеристикой содержания в воде этих веществ. «Окисляемость с поправкой» находят вычитанием из общей окисляемости величин кислородных эквивалентов присутствующих в воде нитритов, сульфидов, железа (II) и др.

Главная особенность ускоренного бихроматного метода - повышенная концентрация серной кислоты. Нагревание извне не требуется, температура повышается за счет тепла, выделяющегося при смешении воды с концентрированной серной кислотой. Если окисляемость анализируемой воды лежит в пределах 50 – 500 мг  $\text{O}_2$ /л, для анализа берут 5 мл пробы, если в интервале 500 – 4000 мг  $\text{O}_2$ /л, то проба составляет 1 мл. Вода с окисляемостью выше 4000 мг  $\text{O}_2$ /л должна быть предварительно разбавлена. Если окисляемость меньше 50 мг  $\text{O}_2$ /л, данный метод применять нельзя. В пробу вводят 2,5 мл раствора бихромата калия с концентрацией 0,25 н. и концентрированную серную кислоту исходя из расчета 7,5 мл на 1

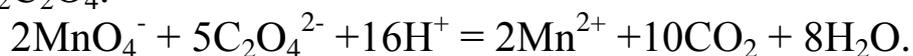
мл пробы, 15 мл на 5 мл пробы. При этом температура поднимается до  $100^{\circ}\text{C}$ . После двухминутного выдерживания добавляют 100 мл дистиллированной воды и оттитровывают раствором соли Мора.

Перманганатный метод определения окисляемости воды проще и короче бихроматного метода, он применяется для определения окисляемости природных вод, со значением окисляемости меньше  $100\text{ мг O}_2/\text{л}$ . Без разбавления можно определять окисляемость в пределах  $10\text{ мг O}_2/\text{л}$ . Наибольшее разбавление пробы - десятикратное.

Метод основан на окислении веществ, присутствующих в воде, раствором  $\text{KMnO}_4$  в сернокислой среде при кипячении. Метод получил название **метода Кубеля**. При этом используют способ обратного титрования, в ходе которого производят титрование избытка реагента. Будучи сильным окислителем,  $\text{KMnO}_4$  реагирует в присутствии кислоты с восстановителями по уравнению:



Избыток  $\text{KMnO}_4$  реагирует с вводимой в избытке щавелевой кислотой  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ :



Не вступившая в реакцию щавелевая кислота оттитровывается раствором  $\text{KMnO}_4$ .

Формула для проведения расчета перманганатной окисляемости указана в описании лабораторной работы.

Модификацию методики, используемой в щелочной среде, называют **метод Шульца**.

При невозможности проведения анализа в установленные временные рамки пробы консервируются добавлением 2 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:2, на каждые 100 мл воды. Пробы вод надо консервировать, если они не могут быть проанализированы после их отбора в течение: 48 часов для питьевых вод; 24 часов для поверхностных вод. Пробы сточных вод и сильно загрязненных вод должны быть проанализированы в течение нескольких часов после отбора.

## ЛАБОРАТОРНАЯ РАБОТА

### Оборудование

1. Титровальная установка (штатив, бюретка, титровальные колбы).
2. Пипетки на 20мл и 100 мл.
3. Мерный цилиндр (или мерная пробирка) на 10 мл.
4. Электроплитка.

### Реактивы

1. Серная кислота (1:2),
2. Щавелевая кислота; 0,01 н.
2. Перманганат калия; 0,01н.

### **ХОД ВЫПОЛНЕНИЯ РАБОТЫ. ОБРАБОТКА РЕЗУЛЬТАТОВ**

В колбу для титрования наливают 100 мл анализируемой воды, добавляют 5 мл разбавленной серной кислоты (1:2) и 20,00 мл 0,01н. раствора перманганата калия. Смесь нагревают так, чтобы она закипела через 5 мин и кипятят точно 10 мин. К горячему раствору прибавляют 20,00 мл 0,01н. раствора щавелевой кислоты и хорошо перемешивают. Обесцвеченную смесь титруют горячим (лучше при 80-90 °С) 0,01н. раствором перманганата калия до розового окрашивания. Израсходованное количество перманганата отсчитывают с точностью до 0,05 мл.

Окисляемость [мг/л O<sub>2</sub>] рассчитывают по формуле

$$\text{Окисляемость} = \frac{C_n \cdot V_1 \cdot 8 \cdot 1000}{V_2}$$

где V (раствора KMnO<sub>4</sub>) - объем раствора перманганата калия, пошедшего на титрование воды, мл;

C<sub>n</sub> - нормальность раствора перманганата калия;

8 - эквивалентная масса кислорода;

V (воды) - объем анализируемой воды, мл.

### **ТРЕБОВАНИЯ К ОТЧЕТУ**

Письменный отчет по данным лабораторным работам должен

включать:

1. название лабораторной работы;
2. теоретическую часть, содержащую понятия: окисляемость, перманганатная окисляемость, бихроматная окисляемость; сущность методов определения окисляемости;
3. перечень оборудования и реактивов;
4. ход выполнения эксперимента, экспериментальные данные, расчеты и вывод.

### ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПОДГОТОВКИ

1. Чем вызывается окисляемость воды?
2. Какими величинами характеризуют окисляемость?
3. Зависимость между окисляемостью воды и ее качеством?
4. В чем сущность понятия «ХПК»?
5. Особенности бихроматного метода определения окисляемости.
6. В чем сущность метода титрования по остатку (обратного титрования)?
7. Метод Кубеля, его достоинства и недостатки.
8. Уравнения реакций, лежащих в основе метода Кубеля.
9. Расчет результатов определения окисляемости по методу Кубеля.

### СПИСОК РЕКОМЕНДУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ

1. Таубе П.Р., Баранова Л.Г. Химия и микробиология воды. М.: Высшая школа, 1983. – 280 с.
2. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. М., 1984. – 448 с.
3. Ивчатов А.Л., Малов В.И. Химия воды и микробиология. М.: ИНФРА-М, 2006.-218 с.
4. Хаханина Т. И., Никитина Н. Г. Аналитическая химия: учебное пособие. - М. : Юрайт, 2010. - 278 с.