ВВЕДЕНИЕ

В современной жизни, особенно в производственной деятельности человека, химия играет исключительно важную роль. Нет почти не одной отрасли производства, не связанной с применением химии.

Основная аналитическая работа, необходимая для обеспечения современного производства, требует на каждом крупном промышленном предприятии многие хорошо оснащённые лаборатории. Современная техника располагается разнообразными контрольно-аналитическими методами, которые применяются в соответствии с характером производства.

Особый интерес представляет использование инструментальных методов анализа для автоматического регулирования процессов. В задачу лабораторий входит не только аналитическое обслуживание производства. Очень важна их роль в обеспечении технического прогресса в деле совершенствования технологий.

Охрана окружающей среды является важнейшей государственной задачей. Для предотвращения или снижения загрязнения окружающей среды намечены и проводятся различные мероприятия: технологические, технические, санитарно-технические, медицинские, правовые, организационные. В основе всех мероприятий лежит контроль над содержанием вредных веществ. Контроль необходим для получения информации об уровне загрязнения, а так же об источниках выбросов, причинах и факторах, определяющих загрязнения.

Поэтому для более правильного определения степени загрязнения объектов окружающей среды методы химического и инструментального анализов должны быть достаточно чувствительны и избирательны.

1. ИНСТРУКТАЖ ПО ТЕХНИКЕ БЕЗОПАСНОСТИ

1.1 Техника безопасности при работе в химической лаборатории

Требования безопасности перед началом работы:

Перед началом работы одеть спецодежду, получить наряд задание, проветрить помещение, включить вентиляцию на 5-10 минут.

Проверить исправность всех необходимых для работы приборов, наличие и состояние средств коллективной и индивидуальной защиты, целостность заземления, наличие противопожарного оборудования.

Продезинфицировать поверхность рабочих столов 3% раствором хлорамина. В боксах включить бактерицидные лампы на 30 минут.

О всех обнаруженных нарушениях и неисправностях оборудования (устройств, приспособлений, инструмента), средств защиты, несчастных случаях, внезапного ухудшения состояния работника необходимо доложить инженеру или начальнику ХБЛ, в выходные и праздничные дни сменному мастеру.

Требования безопасности во время работы

Для безопасной организации труда, лаборант должен владеть приемами и методами безопасного выполнения работ, знать правила пользования применяемого оборудования, приборов, реактивов. У каждого электроприбора должна быть инструкция по эксплуатации, а также на каждом рабочем месте должны быть таблички с предостережениями о возможных опасных и неправильных методах и приемах труда, которые запрещено применять.

Работа в ЦХБЛ должна проводиться только при наличии исправной вентиляции. Приточно-вытяжную вентиляцию включают за 30 минут до проведения работ. Все работы с опасными веществами следует проводить только в вытяжном шкафу и в средствах защиты. Во время работы в лаборатории следует соблюдать правила безопасного обращения:

с реактивами:

работать в спецодежде, пользоваться защитными средствами;

пользоваться только склянками с реактивами, на которых имеются этикетки с указанием реактива, датой изготовления и указанием

степени чистоты;

едкие вещества хранить в вытяжном шкафу в количестве не

превышающем 5-ти суточного запаса;

ядовитые вещества хранить отдельно в шкафу, ключи от которого находятся у начальника ХБЛ.

с растворами:

все растворы готовить только в хорошо вымытой посуде;

не путать пробки от посуды, содержащей растворы разных веществ;

растворы, портящиеся под воздействием света хранить в темных склянках;

на всех склянках должны быть этикетки с указанием сроков приготовления;

в пробках склянок с растворами щелочей должны быть хлоркальциевые трубки, наполненные поглотителями двуокиси углерода;

соблюдать осторожность с растворами, вредно воздействующими на кожу, одежду, обувь;

при приготовлении растворов в органических жидкостях применять только чистые растворители;

никакие вещества и растворы веществ не пробовать на вкус, нюхать осторожно не наклоняясь над сосудом и не вдыхая полной грудью, а направляя к себе пары или газ рукой;

с огнеопасными веществами следует работать вдали от огня и включенных нагревательных приборов;

все работы с ядовитыми жидкостями проводить в действующем вытяжном шкафу и соблюдать следующие предосторожности:

работать в резиновых перчатках, поврежденные перчатки не употреблять;

недопустимо набирать ядовитые жидкости в пипетку ртом, пользоваться только сифоном или грушей;

не оставлять склянки с ядовитыми веществами на столе;

прежде чем вылить ядовитое вещество в раковину, его необходимо обезвредить (нейтрализовать);

нагревать ядовитые вещества только в круглодонных колбах на водяной или песочной бане, недопустимо нагревание на открытом огне;

с кислотами и щелочами:

концентрированные кислоты для текущей работы держат под вытяжкой;

в количестве не превышающем 1 кг.каждого названия, в посуде с притертой пробкой, в общей сложности хранить не более 3-4 кг ;

переливание кислоты и щелочей из больших бутылей проводить в защитных очках, резиновых перчатках, сапогах, прорезиненном фартуке с передником при помощи наклоняющихся специальных штативов или сифонов с грушами;

При обращении с серной кислотой строго соблюдать следующие меры предосторожности, кроме перечисленных выше:

при разбавлении серной кислоты запрещается лить воду в кислоту.

Приливать кислоту в воду, очень осторожно и по стенкам сосуда и при тщательном перемешивании раствора;

не оставлять склянку с кислотой открытой;

при смешивании серной кислоты с другими кислотами приливать серную кислоту в другую;

работать только под тягой, помнить, что серная кислота прожигает одежду;

При обращении с азотной кислотой:

хранить азотную кислоту в темном, прохладном месте;

не допускать попадание ее на древесные материалы, т. к. при попадании ее на солому, опилки, деревянную стружку, они легко воспламеняются;

не оставлять склянку с кислотой открытой;

спирт и скипидар при добавлении азотной кислоты взрывается;

При обращении с аммиаком:

при переливании раствора аммиака необходимо одевать очки, работать только под тягой.

Требования безопасности по окончанию работы

По окончанию работы необходимо закрыть водопроводные краны, отключить электроприборы и другое оборудование.

Привести в порядок свое рабочее место, удалить мусор, отходы, остатки горючих и легковоспламеняющихся веществ, отработанные жидкости.

Растворы, реактивы и посуду поставить в специально отведенные места. По окончании работы необходимо снять спецодежду, убрать средства индивидуальной защиты в специально отведенное место.

По пути на работу и с работы соблюдать правила дорожного движения для пешеходов и пассажиров общественного транспорта.

Обо всех несчастных случаях, внезапных заболеваниях, обнаруженных неисправностях оборудования, устройств, приспособлений, средств защиты и других опасных факторах, угрожающих жизни и здоровью сотрудников немедленно сообщить начальнику ХБЛ, инженеру или сменному мастеру.

1.2 История развития предприятия

На сегодняшний день "Донецкгорводоканал" одно из самых мощных предприятий водопроводно-канализационного комплекса в Донбасском регионе, которое обслуживает не только шахтерскую столицу, но и многие прилегающие города и села.

А ведь все начиналось с крошечного производственного подразделения в отделе коммунального хозяйства Сталинского городского совета - «Санводтрест», основанного еще в 1932 году. Тогда организация насчитывала всего 22 сотрудника, не имела ни одной единицы техники и обслуживала всего 3 км разводящих сетей городского водопровода. Сегодня такого количества людей не хватит даже чтобы обслуживать одну из 9 районных водопроводно-канализационных служб, не говоря уже о всей системе водоснабжения и водоотведения города.

В настоящее время на балансе предприятия больше 3500 км водопроводных сетей - городских водных артерий, снабжающих дончан водой, а также почти 1500 км канализационных коммуникаций. «Донецкгорводоканал» обслуживает 8 городских водопроводных узлов, более 120 канализационных и подкачивающих насосных станций, а также комплекс Донецких очистных сооружений. Технические сети водоканала круглосуточно обслуживают девять водопроводно-канализационных служб, закрепленных за каждым районом Донецка. Кроме того, предприятие владеет одной из самых современных в Украине химико-бактериологических лабораторий, которая тщательно следит за качеством питьевой воды и биологической очистки стоков.

«Донецкгорводоканал» - предприятие, тесно связанное с вопросами экологического мониторинга, потому что главная задача водоканала - в достаточном объеме обеспечить жителей Донецка качественной питьевой водой в соответствии с требованиями нормативной документации, действующей на территории Украины. Для контроля качества питьевой воды на предприятии функционирует Центральная химико-бактериологическая лаборатория.

На сегодняшний день она остается одной из самых современных и лучших. Начавшая свою деятельность с одного инженера и двух лаборантов еще в 1959 году, лаборатория сегодня насчитывает 66 сотрудников, в том числе и 14 инженерно-технических работников. Безопасность и качество питьевой воды здесь контролируется ежедневно, включая выходные и праздничные дни. Лаборатория получает оперативную и полную информации о качестве питьевой воды благодаря современному оснащению спектрофотометрическим и хроматографическим оборудованием, проведению химических и бактериологических анализов, а также эффективной работе передвижных экологических лабораторий.Методы лабораторного анализа постоянно совершенствуются. Предприятие регулярно выделяет средства на приобретение последних технологий для осуществления лабораторного контроля.

Качество питьевой воды контролируется на входе в водопроводные узлы, затем после прохождения резервуаров питьевой воды на выходе в разводящую сеть города, в самой разводящей сети, в магистральных водоводах, а также в течение суток после устранения аварий.На водопроводных узлах ежечасно определяется содержание остаточного хлора операторами хлораторных установок, которые работают на самих узлах. Если вода по какому-то ингредиенту не соответствует качеству, производится промывка, хлорирование и отбор проб до получения результатов, соответствующих нормативной документации.

Анализ качества воды осуществляется по 54 показателям, среди которых основные микробиологические, паразитологические, органолептические, физико-химические показатели.

сероводород иодометрический фотометрический сульфат

2. ОРГАНИЗАЦИЯ РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

2.1 Права и обязанности младшего специалиста химика

Лаборант химического анализа обязан:

соблюдать правила внутреннего трудового распорядка, требования инструкций по охране труда, производственной санитарии и противопожарной защиты и настоящей инструкции;

выполнять порученную работу в соответствии со схемой контроля и согласно соответствующей нормативной документации;

выполнять работу тщательно и в установленные сроки;

содержать рабочее место в чистоте и прядке.

Выполнять дополнительные указания руководства, дополнительные задания по контролю производства, уборке территории и закреплённых участков.

Порядок выполнения производственных обязанностей: -прийти на работу за 15-20 минут до начала рабочего дня; -надеть положенную по нормам спецодежду.

Сменный лаборант, принимающий смену должен совместно со сдающим смену лаборантом -осмотреть и проверить исправность оборудования и вычислительной техники (выключенное оборудование проверить включением), состояние изоляции электроприборов, исправность заземления наличие индивидуальных средств защиты и противопожарных средств (огнетушители, сухой песок в песочнице, одеяло суконное и асбестовое полотно); -проверить наличие местного освещения под вытяжными шкафами, на титровальных столах, в пробной; -проверить поступление охлаждающей воды на водяные холодильники (при отсутствии разгонок водяные вентили должны быть закрыты); -убедиться в работе вытяжной вентиляции; -проверить наличие химической посуды, необходимой для работы, а также наличие химических реактивов в достаточном количестве; -ознакомиться со всеми оперативными заданиями руководства в журнале сдачи- приемки смены; -неполадки, которые не могут быть устранены сдающим смену, должны быть отмечены в журнале сдачи смены для принятия руководством соответствующих мер.

Прием и сдача смены обязательно оформляется росписями в журнале. Принимающий смену расписывается в рапорте после сдающего. Смена не считается переданной, если в журнале отсутствует роспись принявшего смену.

Воспрещается сдача смены больному или находящемуся в нетрезвом виде сменщику. В этом случае лаборант обязан сообщить руководителю для принятия решения.

В случае неявки сменного лаборанта, работающий лаборант обязан поставить в известность начальника ОУК или лицо, его заменяющее, и продолжать работать до прихода смены.

Принимать пробы отправляемой продукции только от контролера ОТК с записью в журнале сдачи проб ОТК, времени приема пробы и с росписями сдавшего и принявшего пробу.

Пробы для текущего контроля принимать от работников цехов в таком же порядке с записью в журнале сдачи проб цехами.

Подготовить к работе приборы, оборудование согласно технической документации.

Все операции во время анализа выполнять согласно нормативной и технической документации.

По окончании анализа отключить приборы и оборудование, закрыть воду на холодильник в случае разгонки, вымыть посуду и руки.

По мере выполнения анализов полученные результаты увязывать с технологическим режимом в цехе. В случае несоответствия результатов анализа лаборант дневной смены обязан сообщить их своему руководству, а лаборант ночной смены и в выходные дни - сменному мастеру цеха.

Расчеты и результаты анализа рабочие и сводные журналы

2.2 Оборудование лаборатории. Объекты для анализа

Лаборатория фильтровальной станции проводит различные методы анализа, которые требуют соответствующего оборудования.

Сушильные шкафы. Предназначены для сушки посуды. Воронки и пробирки вставляют в отверстия полок.

Рисунок 2.1- Сушильный шкаф

Муфельные электропечи предназначены для прокаливания тиглей и тиглей с осадком. В муфельных печах можно достичь 1000 -12000С.

Рисунок 2.2 - Муфельная печь

Аналитические весы. Они позволяют определять массу с точностью до 0,0001 г.

Рисунок 2.3 - Аналитические весы

Эксикаторы. Эти приборы применяют для охлаждения до комнатной температуры нагретых или прокаленных веществ, а также тары (тигли, бюксы, часовые стекла и т.д.). эксикатор представляет собой толстенный стеклянный сосуд, закрывающийся пришлифованной крышкой. В нижней части эксикатора помещено водопоглощающее средство (хлорид или оксид кальция, оксид фосфора (V), концентрированная серная кислота (96%), силикагель и др.). Над поглотителем в эксикатор помещен фарфоровый вкладыш с отверстиями для тиглей.

Спектрофотометр ULAB 102. Предназначен для измерения спектральных коэффициентов направленного пропускания и оптическую плотность жидких и твердых веществ. С помощью этого прибора определяют концентрацию веществ в растворах и проводят клинико-диагностические испытания. На спектрофотометре ULAB102 возможно выполнение любых фотометрических методик количественного анализа, при измерениях в видимом диапазоне. В режиме количественного анализа возможно построение градуировок по стандартным образцам или вводимым коэффициентам.

Спектрофотометр UNICO2100. Предназначен для выполнения любых фотометрических методик количественного анализа, предназначен для измерений в видимом спектральном диапазоне.

Хладотермостат суховоздушный типа ХТ предназначен для получения и поддержания внутри рабочей камеры стабильной температуры, необходимой для проведения бактериологических и серологических исследований в клинико- диагностических, экологических, научно- исследовательских и других лабораториях.

Дистилятор. Предназначен для производства дистиллированной воды в аптеках, больницах, лабораториях и в других учреждениях всех отраслей народного хозяйства, где имеется потребность в дистиллированной воде.

Термостат. Прибор для поддерживания температуры. Поддерживание температуры обеспечивается либо за счет использования терморегуляторов , либо осуществлением фазового перехода.

Микроскоп. Прибор, предназначенный для получения увеличенных изображений, а также измерения объектов или деталей структуры, невидимых или плохо видимых невооруженным глазом.

рН метр. Прибор для измерения водородного показателя (показателя рН), характеризующего активность ионов водорода в растворах, воде, пищевой продукции, сырье, объектах окружающей среды и производственных системах непрерывного контроля технологических процессов, в том числе в агрессивных средах. В частности, рН метр применяется для аппаратного мониторинга рН растворов разделения урана и плутония, где требования к корректности показаний аппаратуры без ее калибровки чрезвычайно высоки.

2.3 Выполнение анализов химическими методами

Гравиметрический метод анализа. Определение хлоридов

Метод основан на осаждении хлор-иона в нейтральной или слабощелочной среде азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую. Точность метода 1-3 мг/л.

В коническую колбу вносят пипеткой 2 мл калия - йодистого и 7 мл буферного раствора, добавляют 250 мл воды перемешивают, добавляют 1 мл крахмала. Титруют раствором натрий серновато-кислый до обесцвечивания.

Содержание хлоридов определяют по формуле:

где v - количество азотнокислого серебра, взятого на титрование, мл;

K - поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра;

g - количество хлор - иона, соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, мл;

V - объем пробы, взятый для определения, мл.

Результаты анализа

Объем нитрата серебра пошедший на титрование пробы - 6.89 мл.

Х = = 48,92 мг/дм3

Выполнение анализов химическими методами

Гравиметрический метод анализа. Определение хлоридов.

Метод основан на осаждении хлор-иона в нейтральной или слабощелочной среде азотнокислым серебром в присутствии хромовокислого калия в качестве индикатора. После осаждения хлорида серебра в точке эквивалентности образуется хромовокислое серебро, при этом желтая окраска раствора переходит в оранжево-желтую. Точность метода 1-3 мг/л.

В коническую колбу вносят пипеткой 2 мл калия - йодистого и 7 мл буферного раствора, добавляют 250 мл воды перемешивают, добавляют 1 мл крахмала. Титруют раствором натрий серновато-кислый до обесцвечивания.

Содержание хлоридов определяют по формуле:

где v - количество азотнокислого серебра, взятого на титрование, мл;

K - поправочный коэффициент к титру раствора нитрата серебра;

g - количество хлор - иона, соответствующее 1 мл раствора азотнокислого серебра, мл;

V - объем пробы, взятый для определения, мл.

Результаты анализа

Объем нитрата серебра пошедший на титрование пробы - 6.89 мл.

Х = = 48,92 мг/дм3

ГОСТ 18190 - 72

Определение содержания остаточного активного хлора

Метод основан на окислении калия йодистого активным хлором до йода, который оттитровывают тиосульфатом натрия. Т.е. это пример окислительного - восстановительного косвенного титрования (мы оттитровываем не сам хлор, а его заместитель-йод). Добавление ацетатного буферного раствора рН-4,5 необходимо для устранения мешающего влияния нитритов, оксидов железа, озона и др. Количество добавляемого буфера ≈ полуторной величине щелочности (7,5 см3). В качестве индикатора выступает 0,5% раствор крахмала, окрашивающий раствор йода в синий цвет. В конечной точке титрования раствор обесцвечивается. Основным титрованным раствором является 0,1моль/дм3 раствор тиосульфата Na, при приготовлении 1дм3 которого добавляют 0,2г Na2CO3 безв. и 2см3 хлороформа (для консервации). Раствор годен к применению через 10-14-суток. Коэффициент поправки определяется по навеске K2Cr2O7 (0.1500-0.2000 г). Определение проводят в конической колбе с притертой пробкой, смоченной раствором KJ. Раствор тиосульфата Na добавляют с помощью бюретки 2-го класса точности вместимостью 50 см3 с ценой деления 0,1см3. Рабочий титрованный раствор 0,005 моль/дм3 готовят из основного разбавлением в 20 раз свежекипяченой дистиллированной водой. Коэффициент поправки определяется по 0,005 моль/дм3 раствору K2Cr2O7 (V=10см3). Титрование осуществляется с помощью микробюретки 2-го класса точности вместимостью 2 см3 с ценой деления 0,01см3. Нормы погрешности определения приведены в ГОСТ 27384:2005 Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств. Для активного ост. хлора норма погрешности - 25 %.

Эта методика применяется для анализа воды с содержанием активного хлора более 0,3мг/дм3 при объеме пробы 250 см3. При более низком содержании хлора для титрования отбирают больший объем пробы.

Расчет концентрации ведут по формуле:

Х =

где, v - количество 0,005 н раствора тиосульфата натрия потраченного на титрование пробы, мл;- поправочный коэффициент нормальности раствора тиосульфата натрия;

,177 - содержание активного хлора соответствующее 1мл 0,005 н раствора тиосульфата натрия;- общий объем пробы, мл;

Результаты анализа

Объем затраченного тиосульфата натрия на титрование составил 0,94 мл.

Х = = 1,66 мг/дм3

ГОСТ 4539 - 71

Определение свободного остаточного хлора титрованием метиловым оранжевый

Метод основан на окислении свободным хлором метилового оранжевого (окислительный потенциал хлораминов недостаточен для разрушения метилоранжа).Это прямое окислительно - восстановительное титрование. Титрование проводят с помощью микробюретки вместимостью 2 см3 с ценой деления 0,01см3 в фарфоровой чашке для более четкой фиксации перехода окраски. Кислая среда раствора обеспечивает появление неисчезающей розовой окраски. Норма погрешности определения составляет 30%.( ГОСТ 27384:2005)

Хлораминовый (связанный) хлор находят по разности между содержанием остаточного активного хлора и свободного хлора.

Формула для расчета содержания хлора:

Х =

где, v - количество 0,005 % раствора метилоранжа потраченного на титрование пробы;

,0217 - титр метилоранжа, мл;

,004 - эмпирический коэффициент;- объем воды для анализа, мл;

Результаты анализа:

Объем метилоранжа затраченного на титрование пробы составил 1,9 мл.

Х = =0,4523 мг/дм3

Комплексонометрический метод анализа. Определение общей жесткости

Метод основан на образовании при рН = 10±0,2 прочного бесцветного комплексного соединения трилона Б с ионами кальция и магния. В эквивалентной точке титрования все ионы кальция и магния связываются в комплексное соединение трилоном Б, в результате чего происходит изменение окраски индикатора от красной до голубой.

В коническую колбу вносят 50 мл отфильтрованной испытуемой воды, затем прибавляют 5 мл буферного раствора, 5-7 капель индикатора или приблизительно 0,1 г сухой смеси индикатора хромоген черного с сухим хлористым натрием и сразу же титруют при сильном взбалтывании 0,05 н раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке (окраска должна быть синей с зеленоватым оттенком).

Определение общей жесткости рассчитывается по формуле:

где v - количество раствора трилона Б, израсходованное на титрование, мл;

K - поправочный коэффициент к нормальности раствора трилона Б;- объем трилона Б, затраченного на титрование, мл;

V - объем воды, взятый для определения, мл.

Результаты анализа:

C = 0,05 н;= 1;= 5,1 мл;= 50 мл.

Х = = 0, 51 мг-экв/дм3

ГОСТ 18164-72

Весовой метод (Арбитражный). Определение содержания сухого остатка

Настоящий стандарт распространяется на питьевую воду и устанавливает весовой метод определения содержания сухого остатка.

Величина сухого остатка характеризует общее содержание растворенных в воде нелетучих минеральных и частично органических соединений.

Объем пробы воды для определения сухого остатка должен быть не менее 300см3. Определение сухого остатка проводится в день отбора пробы.

-500 см3 профильтрованной воды выпаривают в предварительно высушенной до постоянной массы фарфоровой чашки. Под выпариванием понимается операция выделения вещества, содержащегося в нем. Для выпаривания необходимо налить раствор в чашку так, чтобы до краев ее оставалось не менее 2-3см, если чашка большая, если же она небольших размеров, то жидкость должна занимать не больше 2/3 высоты чашки.

Выпаривание ведут на водяной бане с дистиллированной водой. Затем чашку с сухим остатком помещают в термостат при 110 и сушат до постоянной массы.

Сухой остаток (Х) в мг/дм3 вычисляют по формуле:

где, m - масса чашки с сухим остатком, мг;- масса пустой чашки, мг;объем пробы взятой для определения, см3.

Результаты анализа= 78940,71 мг;= 78896,02 мг;= 400 см3

Х = 111,725 мг/см3

Фотометрический метод анализа. Определение мутности (плотность)

Фотометрический метод анализа основан на избирательном поглощении окрашенными растворами веществ видимого света. Степень поглощения света, зависит от концентрации растворенного вещества.

В кювету с толщиной поглощающего свет слоя 5 - 10 см вносят хорошо взболтанную испытуемую пробу, измеряют оптическую плотность в зеленой части спектра (λ - 530 нм). Контрольной жидкостью служит испытуемая вода, из которой удалены взвешенные вещества путем центрифугирования или фильтрования через фильтровальные фильтры №4 (обработанные кипячением).

Содержание мутности в мг/л определяют по градуировочному графику.

Мутность определяют по формуле:

где A - определение плотности

Результаты анализов

а = 0,0002;

b = 0,0123.

А = \* 0,58 = 0,0094

Метод кислотно - основного титрования. Определение щелочности

Пробу титруют стандартным раствором кислоты до конечной точки рН 8,3 и 4,5 во время визуального или потенциометрического контроля. По результатам анализа определяют наличие трех основных компонентов: гидрокарбонатов, карбонатов и гидроксида, которые обусловливают щелочность титрованием пробы до конечной точки рН 8,3 определяют в пробе весь гидроксид и половину имеющегося карбонату. Титрованием до конечной точки рН 4,5 определяют общую щелочность пробы.

Отбирают пипеткой (100±1)см3 пробы (объем V), в колбу 250 см3 добавляют (0,1± 0,02) см3 раствора индикатора фенолфталеина . Если розовая расцветка не наблюдается, то частичная щелочность пробы равняется нулю. Пробы с розовой расцветкой титруют кислотой до исчезновения розовой расцветки. Если щелочность есть в диапозоне от 4 ммоль/дм3 до 20 ммоль/дм3, то используют раствор (0,1 моль/дм3) соляной кислоты. Если щелочность есть в диапозоне от 0,4 ммоль/дм3 до 4 ммоль/дм3, то используют раствор (0,02 моль/дм3) соляной кислоты. Записывают объем V5, в кубических сантиметрах, использованной кислоты. Раствор сохраняют для определения общей щелочности.

Щелочность определяют по формуле:

где Ap - способность реагировать с ионами водорода, частичная щелочность пробы, определенная титрованием до рН 8,3, ммоль/дм3;

c (HCL) - истинная концентрация раствора соляной кислоты (5,3) или (5,4), который использовали во время определения, моль/дм3 ;

V4 - объем пробы, см3 ( обычно 100см3);

V5 - объем использованного раствора соляной кислоты (5,3) или ( 5,4) до получения рН 8,3, см3.

Результаты анализов

Ар = = 286,2 ммоль/дм3

3 ИЗУЧЕНИЕ РАБОТЫ ЛАБОРАТОРИИ ИНСТРУМЕНТАЛЬНЫХ МЕТОДОВ АНАЛИЗА

3.1 Оборудование лаборатории

Лаборатория проводит различные методы анализа, которые требуют соответствующего оборудования:

Измерительные приборы:

фотоэлектроколлориметры КФК-2, КФК-3;

титратор автоматический;

иономеры 11-500, "Эксперт";

система капілярного электрофореза "Капель-104Т";

весы аналитические 2 класса точности ТВЕ, ВЛА;

хроматографы газовые "Кристал люкс - 4000";

атомно-абсорбционный спектрометр "Сатурн 3 - П1";

электроды измерительные и вспомогательные;

термометры, гигрометры, ареометры, нанометры;

анализатор нефтепродуктов.

Вспомогательное оборудование:

термостаты суховоздушные ТС, тсо;-

электрошкафы сушильные;

муфельне печи СНОЛ;

автоплавы (стерилизаторы);

холодильники;

дистилляторы;

микроскопы;

бани водяные;

колбонагреватели;

электроплиты;

шкафы вытяжные;

бактерицидне облучатели;

вакуумне приборы фильтрования.

3.2 Выполнение анализов инструментальными методами

Фотометрический метод определения концентрации сульфата в сточных водах

Концентрация сульфатов в сточных водах в основном зависит как от сброса производственных сточных вод с такое содержание сульфатов в водопроводной воде. На очистных сооружениях сульфаты в ходе биологической очистки изменений почти не претерпевают.

Настоящая методика устанавливает метод измерения концентрации сульфатов в натуральных сточных водах и биологически очищенной воде в диапазоне концентрации:

Таблица 3.1 - Диапазон измерения исследуемой воды

|  |  |
| --- | --- |
| Исследуемая вода | Диапазон измерения, мг/дм3 |
| Натуральная сточная вода | 40 - 120 |
| Биологически очищенная вода | 30 - 90 |

Методика определения концентрации сульфата в сточных водах обеспечивает выполнение измерений и погрешность значения которой представлены в таблице 1.2.

Таблица 3.2 - Показатели погрешности измерений концентрации сульфатов в сточных водах

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| Виды сточных вод, подлежащих анализу | Диапазон измеряемых величин, мг/дм3 | V, %отн. | σ[∆º] , мг/дм3 | ± ∆, мг/дм3 |
| Натуральная сточная вода | 40 - 120 | 8 | 3,2 - 9,6 | 4 - 13 |
| Биологически очищенная вода | 30 - 90 | 8 | 2,4 - 7,2 | 3 - 10 |

Сульфат-ион осаждают в кислое среде хлоридом бария в виде малорастворимого сернокислого бария. Осадок отмывают, отфильтровывают, высушивают, прокаливают и взвешивают в виде BaSO4.

Определению мешают взвешенные вещества, которые устраняются фильтрованием.

Отбор, предварительная подготовка и условия хранения проб. Отбор проб производится согласно правилам отбора, хранения и консервирования проб. Количество отобранной пробы должно быть не менее 1 дм3.

Пробы обычно не консервируют.

Включение и подготовка электроплитки, сушильного шкафа и муфельной печи выполняется в соответствии с инструкцией по эксплуатации данного оборудования.

Простые пронумерованные тигли прокаливают при температуре не выше 800ºС в течении двух часов. Затем охлаждают до комнатной температуры в эксикаторе, и после охлаждения взвешивают. Прокаливание ведут до постоянной массы. Разница в двух последовательных взвешиваниях не должна превышать 0,0002 г. В этом случае прокаливание считается законченным.

Приготовление растворов, реактивов:

раствор хлористого бария 5%-ный: 5 г хлористого бария (BaCl3\*2H2О) растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 см3;

раствор соляной кислоты HCl (1:1). Один объем дистиллированной воды смешивают с одним объемом HCl;

раствор метилоранжа 0,1% (водный).

см3 исследуемой воды выпаривают в химическом стакане на песочной или водяной бане до объема 50-60 см3, прибавляют 1,0 см3 HCl (1:1) или несколько капель концентрированного HCl до розового окрашивания по метилоранжу.

Сняв с огня, сразу же к горячему раствору прибавляют по каплям и при перемешивании нагретый до 70-80ºС 5%-ный раствор хлористого бария BaCl2. Последний должен прибавляться в избытке, что определяется по прекращению образования осадка (после отстаивания осадка дальнейшее прибавление осадителя не должно вызывать помутнение раствора). нагревают 1 час на песочной или водяной бане и оставляют на 8-12 часов при комнатной температуре. После отстаивания осадка его фильтруют через беззольный фильтр «синяя лента», промывают горячей дистиллированной водой. Под конец промывания фильтрат проверяют в отдельной порции на полноту промывания, для чего часть его собирают из воронки на часовое стекло и прибавляют к каплю раствора азотнокислого серебра AgNO3. Если фильтрат не мутнеет, промывание считают законченным. Осадок сушат на воронке в сушильном шкафу, а потом сжигают в предварительно подготовленном фарфоровом тигле. Нагревание проводится до температуры не выше 800ºС, т.к. в противном случае может происходить частичное разложение осадка.

Концентрация сульфат-ион в испытуемой воде вычисляется по формуле

Х =

где Х - концентрация сульфат-иона в анализируемой в анализируемой пробе воды, мг/дм3;

- масса осадка сульфата бария, мг;

- объем испытуемой воды, см3;

,4116 - коэффициент пересчета полученной массы сернокислого бария в сульфат-ионы.

Результаты анализа

Х1 = 8,0 мг/дм3

Х2 = 8,5 мг/дм3

Х3 = 9,0 мг/дм3

ГОСТ 18165-89

3.2.2 Метод определения массовой концентрации алюминия

Метод основан на способности иона алюминия образовывать с алюминоном лак оранжево-красного цвета, представляющий собой комплексное соединение. Реакция осуществляется в слабо-кислом растворе при рH 4,50-4,65 в присутствии сульфата аммония в качестве стабилизатора окраски лака, которая фотометрируется при длине волны 525-540 нм.

Предел обнаружения алюминия с доверительной вероятностью Р = 0,95 составляет 0,02 мг/дм3 при объёме пробы 25см3.

При содержании фторидов более 0,3 мг/дм3, фосфатов и полифосфатов более 0,2 мг/дм3, а также при наличии органических веществ для устранения их мешающего влияния, пробу воды предварительно обрабатывают над сернокислым аммонием. Для этого 25,0 см3 (или меньше) пробы помещают в термостойкий стакан вместимостью 50 см3, приливают 0,5 см3 свежеприготовленного раствора над сернокислого аммония и выпаривают пробу до белых густых паров серной кислоты (почти досуха) . Стакан охлаждают, обливают стенки небольшим количеством дистиллированной воды и выпаривание повторяют. К влажному остатку после охлаждения порциями приливают 25 см3 подкисленной дистиллированной воды. Раствор каждый раз перемешивают и переносят в мерную колбу или коническую колбу вместимостью 50 см3. Нейтрализуют избыточную кислотность раствором гидроокиси натрия до рН=2 и добавляют затем 25,0см3 реакционной смеси. Измеряют оптическую плотность и из полученного результата вычитают оптическую плотность холостой пробы. Холостую пробу получают, обрабатывая аналогично над сернокислым аммонием 25,0 см3 подкисленной дистиллированной воды.

По градуировочному графику или по уравнению регрессии находят (непосредственно или с учётом разбавления, если анализировалась проба объёмом менее 25,0 см3) массовую концентрацию алюминия в воде мг/дм3. За окончательный результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений.

Относительное расхождение между результатами параллельных проб( r) в процентах вычисляют по формуле

r = ,

Где С1 - больший результат из двух параллельных определений, мг/дм3; ввввв С2 - меньший результат из двух параллельных определений, мг/дм3;

Результаты анализа

|  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- |
| № Пробы | Длина волны для алюминия, нм. | Показания прибора оптической плотности. | Концентрация алюминия (К=1,46), мг/дм3. |
| 1 | 540 | 0,409 | - |
| 2 | 540 | 0,764 | 0,518 |
| 3 | 540 | 0,777 | 0,537 |
| 4 | 540 | 0,711 | 0,440 |
| 5 | 540 | 0,823 | 0,604 |
| 6 | 540 | 0,715 | 0,446 |
| 7 | 540 | 0,780 | 0,371 |
|  |  |  |  |

ГОСТ 4152-89

3.2.3 Метод определения массовой концентрации мышьяка

Метод основан на восстановлении с помощью водорода в момент его выделения всех присутствующих форм мышьяка до летучего мышьяковистого водорода (арсина) и взаимодействии арсена с раствором йода с образование арсенат-иона, который определяется фотометрически в виде мышьяково-молибденовой сини при длине волны 840 или 750 нм.

В пробирку 6 с предварительно собранного прибора наливают 6,0 см3 рабочего градуировочного раствора йода с молярной концентрацией 0,0005 моль/дм3 и опускают в раствор трубочку 5, конец которой должен доходить почти до дна пробирки. Другой конец трубочки 5 уже заранее должен быть тщательно соединён с трубочкой 4, которая заполнена ватой, пропитанной уксусно-кислым свинцом. В реакционный сосуд 1 помещают 100 см3 пробы воды, добавляют 10 см3 концентрированной серной кислоты, 6 см3 раствора йодистого калия, 1 см3 хлористого олова, смесь перемешивают, сразу же вносят в сосуд 5 г гранулированного цинка и быстро герметизируют сосуд, вставляя резиновую пробку 2 и соединяя сосуд с остальной частью прибора. Реакцию восстановления мышьяка и поглощения арсина проводят в течение 60 мин, после чего пробирку 6 с образовавшимся в поглотительном растворе арсенатом отсоединяют от прибора, переносят раствор в пробирку с пришлифованной пробкой , обмывают конец трубочки 5 и пробирку 6 небольшой порцией дистиллированной воды, сливая её в ту же пробирку. Прибавляют 2,0 см3 смешанного реактива, доводят раствор дистиллированной водой до 10 см3, тщательно перемешивают раствор и опускают пробирку в кипящую водяную баню на 5 мин . После охлаждения пробирки под струёй холодной воды о комнатной температуры переносят раствор в кювету с расстоянием между гранями 20 мм и измеряют его оптическую плотность при 840 или 750 нм относительно раствора холостого опыта, проведённого по той же схеме с 100 см3 дистиллированной воды.

Результаты анализа

Проба1 =0,006 мг/см3

Проба2 =0,006 мг/см3

Контр. проба = 0,267 мг/ см3

3.2.4 Иодометрическое определение общего содержания сероводорода

Сероводород окисляют до серы в кислой среде избытком иода. Иод, израсходованный на окисление, определяют по равности между прибавленным количеством и избытком его, который оттитровывают тиосульфатом.

Бутыль известной емкости наполняют пробой воды до краев. На месте отбора пипеткой прибавляют на дно бутылки по 1 мл раствора ацетата кадмия или цинка и 0,5 мл 25%-ного раствора едкого натра на каждые 100 мл пробы.

Склянку закрывают так, чтобы под пробкой не оставалось воздушных пузырьков. Содержимое перемешивают переворачиванием. Обработанную таким способом пробу анализируют не позднее чем через сутки.

Для титрования применяют 0, 02 моль/л или 0, 1 моль/л растворы иода и тиосульфата; 0, 02 моль/л растворы используют при обработке 200-300 мл пробы, содержащей от 0,5 до 20 мг H2S в 1 л; 0,2 моль/л растворы - при концентрации 15 мг сероводорода и более.

После окончания поглощения к раствору, находящемуся в поглотителе (раствор едкого натра с глицерином), прибавляют 2 мл раствора ацетата кадмия. Выделенную смесь гидроокиси и сульфида кадмия отделяют фильтрованием через стеклянный фильтрующий тигель и промывают дистиллированной водой.

Содержание сульфид-ионов и сероводорода в мг/л H2S вычисляют по формуле:

Х =

где а - объем титрованного раствора тиосульфата, расходуемого на прибавленный объем раствора иода, в мл;

- объем титрованного раствора тиосульфата, израсходованного при титровании избытка иода, в мл;

- поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора тиосульфата к точно 0,1 моль/л или 0,02 моль/л;

М - концентрация титрованного раствора тиосульфата в моль/л;

,04 - коэффициент H2S;

- емкость склянки для пробы в мл;

- объем прибавленных консервирующих реактивов в мл.

Результаты анализы:

3.2.5 Фотометрический метод с применением 4-аминоантипирина

Летучие фенолы, кроме п-кренола и других фенолов, замещенных в пара - положении, реагирует с 4-аминоантипирином /1-фенил-2, 3-диметил-4-аминопиразол/ при рН=10,0+0,2 в присутствии феррицианида калия с образованием красных антихриновых красителей,которые экстрагируют хлороформом. Этим методом можно определять концентрации фенолов от сотых долей миллиграмма до целых миллиграммов в 1 л.

Метающие влияния

рН=9,8(строго!)

Определению летучих фенолов мешает сероводород. Мешающие влияния его может быть устранено перегонкой пробы так же, как при определении с п-нитроанилином.

Значение рН является важным фактором при определении фенолов с применением 4-аминоантипирина. Для правильного определения следует поддерживать рН в пределах 10,0+0,2. Добавление хлорида аммония к смеси препятствует понижению рН после введения растворов 4-аминоантипирина и ферринианида калия. Если рН превышает 10,2 то наблюдаются значительные колебания в интенсивности окраски. При более высоких или более низких значениях рН другие вещества (анилин, кетоды ), также дают окраску 4-аминоантипирином.

Ход определения

Перегоняют отмеренное количество пробы / не более 500 мл / после прибавления 5 мл 10%-ного раствора сульфата меди и 10 мл 10%-ного раствора фосфорной кислоты / см. "Фенолы. Определение с п-нитроанилином"/. Консервирование пробы следует нейтролизовать. Объем дистиллята должен быть тот же, что и объем пробы, взятой для перегонки. Объем смеси в перегоной колбе не должен быть меньше 50 мл.

Аликвотную часть ( или все количество дистиллята, если содержание фенола не превышает 0,05 мг) разбавляет дистилированной водой до 500 мл и переливабт в стакан емкостью 1 л. В другой стакан отмеривают 500 мл дистилированной воды для холостого опыта.

В оба стакана прибавляют по 10 мл раствора хлорида аммония и концентрированным раствором аммиака доводят значение рН смеси до 10,0+0,2. Обычно для этого достаточно 3,5-5,0 мл.

Смесь перемешивают и прибавляют 3,00 мл раствора 4-аминоантипирина. После повторного перемешивания прибавляют 3 мл раствора ферицианида калия, снова тщательно перемешивают и оставляют на 3 мин в покое. Затем сразу не экстрагируют 3 раза хлороформом: первый раз добавляют 15 мл, второй - 10 мл и третий раз - 5 мл хлороформа. Хлорофорнные экстракты сливают в мерную колбу емкостью 50 мл и доводят объем до метки чистым хлороформом. Измеряют оптическую плотность хлороформного экстракта и из найденного значения вычитают значение ее для холостого опыта, проведенного таким же способом, но с дистиллированной водой.

Расчет

Содержание летучих фенолов (в расчете на фенол) в мг/л вычисляют по формуле:

х=

где с - концентрация фенола, найденная по калибровочной кривой, в мг/л;

v1 - объем пробы, взятой для определения, в мг;

v2 - общий объем дистиллята в мл;

v3 - объем дистиллята, взятого для экстракции, 3 мл;

- объем, до которого разбавлена проба, 3 мл

Округление результатов

Результаты определений округляют до 0,005 мг фенола.

ВЫВОД

За период прохождения практики ознакомилась с новым оборудованием лаборатории, ее работой и персоналом, строго соблюдали технику безопасности находясь в лаборатории, так как за лаборанта - практиканта ответственность несет начальник лаборатории. Основную практическую ценность получили, изучая методики проведения аналитических определений и применяя данные знания, непосредственно выполняя анализы.

"Горводоканал"-это важнейшая система городского жизнеобеспечения, значимость устойчивой и качественной работы которой очень велика. Предприятие обеспечивает питьевой водой нормативного качества.

Перспективы развития предприятия связаны с внедрением энергосберегающих технологий, совершенствованием технологий подготовки питьевой воды, очистки сточных вод, реконструкцией сетей водоснабжения с применением передовых технологий.

"Горводоканал" делает все возможное для того, чтобы качественно, гарантированно и бесперебойно подавать чистую питьевую воду в каждый дом города.

Я считаю, что моя практика прошла успешно: мной было получено много новых знаний, а так же я смогла осуществить на практике то, чему нас учили.

Полученные при прохождении практики навыки подняли мой профессиональный уровень и помогут мне при устройстве на постоянную работу.

ЛИТЕРАТУРА

1. ГОСТ Вода питьевая. Метод определения концентрации сульфата в сточных водах. - М.: Государственный комитет СССР по управлению качеством продукции и стандартам, 1989

ГОСТ 18165-89 Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия. - М.: Государственный комитет СССР по управлению качеством продукции и стандартам, 1989

ГОСТ 4152-89 Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации мышьяка. - М.: Государственный комитет СССР по управлению качеством продукции и стандартам, 1989

4. ГОСТ 18164-72 Вода питьевая. Метод определения содержания сухого остатка. - М.: Государственный комитет СССР по управлению качеством продукции и стандартам, 1989

5. Лурье Ю.Ю. Унифицированные методы анализа вод - М.: Химия, 1973

Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. - М.: Химия, 1984

Пилипенко А.Т., Починок В.Я, Середа И.П., Шевченко Ф.Д. Справочник по элементарной химии. - К.: Наукова думка, 1977

Таубе П.Р., Баранова А.Г. Химия и микробиология воды. - М.: Высшая школа, 1983