МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ» Обнинский институт атомной энергетики—

филиал федерального государственного автономного образовательного учреждения высшего образования «Национальный исследовательский ядерный университет «МИФИ»

(ИАТЭ НИЯУ МИФИ)

ОТДЕЛЕНИЕ БИОТЕХНОЛОГИЙ

Одобрено на заседании Ученого совета ИАТЭ НИЯУ МИФИ Протокол от 24.04.2023 № 23.4

ФОНД ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

по дисциплине

Водоподготовка (факультатив) название дисциплины

для студентов направления подготовки

04.03.01 Химия

код и название

образовательная программа

Аналитическая химия

Форма обучения: очная

г. Обнинск 2023 г.

1. Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине, соотнесенных с планируемыми результатами освоения образовательной программы

В результате освоения ООП магистратуры обучающийся должен овладеть следующими результатами обучения на факультативе «Водоподготовка»:

Результаты освоения ООП	Перечень планируемых результатов
Сооержание компетенции	ооучения по дисциплине
Результаты освоения ООП Содержание компетенций Готовность использовать современную инструментальную базу для проведения качественного и количественного химического анализа исследуемых объектов	Перечень планируемых результатов обучения по дисциплине Знать: - основы пробоподготовки; -основы строения веществ (атомов, молекул, кристаллов); теоретические основы химических процессов; химические свойства элементов и их соединений; -принципиальные схемы обращения воды в циклах ТЭС; - источники загрязнений воды на ТЭС и АЭС; - методы обработки воды на ТЭС и АЭС; - классификацию примесей; - физико-химические показатели воды; технологические показатели качества воды; - характеристики коллоидных систем; основы теории двойного электрического слоя; факторы, определяющие качество воды после коагуляции; технологические схемы коагуляции; технологические схемы коагуляции воды; конструкции осветлителей; элементы теории осаждения взвешенных частиц; оборудование предочистки и химического обессоливания воды на ТЭС; основы теории механического фильтрования; фильтрующие материалы и их характеристики; оборудование предочистки классификацию ионообменных материалов, марки промышленных катионитов и анионитов; характеристики анионитов: осмотическая стабильность,
	Готовность использовать современную инструментальную базу для проведения качественного и количественного химического анализа исследуемых

регенерацией;

- кинетические особенности процессов десорбции газов; способы удаления растворенных газов; классификацию деаэраторов; конструкции декарбонизаторов;
- устройство испарительных установок;
- условия стабилизации охлаждающей воды;
- электрохимические методы обессоливания воды;
- баромембранные методы подготовки воды на ТЭС (обратный осмос, ультрафильтрация, микрофильтрация, нанофильтрация);
- электромембранные методы подготовки воды на ТЭС (электродиализ).
- виды и качества сбрасываемых вод;
- природоохранные технологии на тепловых электростанциях.

Уметь:

- -работать с химическими веществами с соблюдением норм техники безопасности;
- -синтезировать вещества и материалы разной природы с использованием имеющихся методик;
- -проводить стандартные операции для определения химического и фазового состава веществ и материалов на их основе;
- -исслеоватът свойства веществ и материалов с использованием серийного научного оборудования;
- -правильно выбрать необходимый метод, способный дать наиболее точные результаты при определении конкретного компонента;
- -проводить пробоподготовку, необходимую для осуществления выбранного метода анализа;
- -правильно провести измерения аналитического сигнала в рамках выбранного метода;

принципиальные схемы обращения воды в циклах ТЭС;

Владеть:

- методами химического анализа;
- -основами техники постановки физикохимического эксперимента;
- навыками работы с приборами

инструментальной базы, имеющейся в распоряжении; - навыками безопасной работы в химической лаборатории; методами подготовки воды на ТЭС; - способностью к организации рабочих мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых электростанций.	T	
- навыками безопасной работы в химической лаборатории; методами подготовки воды на ТЭС; - способностью к организации рабочих мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		инструментальной базы, имеющейся в
химической лаборатории; методами подготовки воды на ТЭС; - способностью к организации рабочих мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		распоряжении;
методами подготовки воды на ТЭС; - способностью к организации рабочих мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		- навыками безопасной работы в
- способностью к организации рабочих мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		химической лаборатории;
мест, их технического оснащения, размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		методами подготовки воды на ТЭС;
размещению технологического оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		- способностью к организации рабочих
оборудования в соответствии с технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		мест, их технического оснащения,
технологией производства, нормами техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		размещению технологического
техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		оборудования в соответствии с
техники безопасности и производственной санитарии, пожарной безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		технологией производства, нормами
безопасности и охраны труда; - способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		техники безопасности и
- способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		производственной санитарии, пожарной
- способностью использовать знания фундаментальных разделов естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		безопасности и охраны труда;
естественнонаучного и профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		- способностью использовать знания
профессионального циклов дисциплин для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		фундаментальных разделов
для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		естественнонаучного и
для понимания физической сущности процессов, протекающих в объектах основного и вспомогательного оборудования тепловых		профессионального циклов дисциплин
основного и вспомогательного оборудования тепловых		
основного и вспомогательного оборудования тепловых		процессов, протекающих в объектах
± *		1 1
± *		оборудования тепловых
		± *
		,

2. Паспорт фонда оценочных средств по дисциплине факультатив «Водоподготовка»

№ п/п	Контролируемые разделы (темы) дисциплины	Код контролируемой компетенции (или её	Наименование оценочного средства
11, 11	(результаты по разделам)	части) / и ее формулировка	одено того средстви
1.	Раздел 1. Тема 1. Значение водоподготовки на ТЭЦ и АЭС.	ПК-2(знать, уметь, владеть)	зачет
2.	Раздел 2. Тема 2. Потери пара и конденсата	ПК-2(знать, уметь, владеть)	зачет
3.	Раздел 2. Тема 3. Примеси природных вод и т аналитические способы их определения	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Отчеты по лабораторным работам . Зачет
4.	Раздел 2. Тема 4. Предварительная очистка воды	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет
5.	Раздел 2 Тема 5. Фильтрование воды	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет
6.	Раздел 2. Тема 6. Обработка воды	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет

	методом ионного обмена		
7.	Раздел 2.	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет
	Тема 7.		
	Технологии очистки воды от		
	расворенных газов методами		
	дистиллиции. технологии		
	обрабоки воды		
	Десорбция газов из воды		
8.	Раздел 2. Тема 8. Снижение	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет
	минерализации и количества		
	сточных вод		
	водоподготовительных		
	установок		
9.	Тема 9. Обратный осмос и	ПК-2(знать, уметь, владеть)	Зачет
	ультрофильтарация		

3. Типовые контрольные задания или иные материалы, необходимые для оценки знаний, умений, навыков и (или) опыта деятельности, характеризующие этапы формирования компетенций в процессе освоения образовательной программы

3.1 Вопросы к зачету

- 1. Натрий-катионирование воды.
- 2. Схема двухступенчатого Na-катионирования с частичным разрушением щелочности воды.
- 3. Водород-катионирование воды.
- 4. Аниониты и анионный обмен.
- 5. Схемы ионообменных обессоливающих установок и их эксплуатация.
- 6. Схема и принцип работы одноступенчатой испарительной установки.
- 7. Схемы многоступенчатых испарительных установок с параллельным и последовательным питанием.
- 8. Паропреобразовательная установка.
- 9. Термическое обессоливание воды в испарителях мгновенного вскипания. Схема и принцип работы многоступенчатой испарительной установки мгновенного вскипания.
- 10. Электродиализ. Схема и принцип работы многокамерного электродиализатора.
- 11. Комбинированные схемы ВПУ с электродиализными аппаратами.
- 12. Обессоливание воды обратным осмосом.
- 13. Классификация термических деаэраторов по рабочему давлению.
- 14. Классификация термических деаэраторов по способу создания поверхности контакта обрабатываемой воды с греющим паром.
- 15. Схема и принцип работы деаэрационной установки атмосферного и повышенного давлений. Что такое выпар термического деаэратора?
- 16. Химические методы связывания кислорода и диоксида углерода.
- 17. Нормированное значение содержания растворенного кислорода в питательной воде котлов и подпиточной воде тепловых сетей.
- 18. Удаление диоксида углерода в декарбонизаторе.
- 19. Схема и принцип работы декарбонизатора струйного типа.
- 20. Вакуумно-кавитационный деаэратор ЦОК Самарской ГРЭС.
- 21. Вакуумный деаэратор горизонтального типа.
- 22. Реконструкция вакуумного деаэратора ДВ-800 Самарской ТЭЦ.
- 23. Вакуумный деаэратор вертикального типа
- 24. Деаэрационная установка атмосферного давления.

- 25. Непрерывная продувка барабанных котлов.
- 26. Сепаратор непрерывной продувки.
- 27. Схема утилизации воды непрерывной продувки энергетических котлов Саранской ТЭЦ-2. 28. Системы охлаждения конденсаторов паровых турбин и стабильность охлаждающей воды. 29. Система оборотного охлаждения конденсаторов паровых турбин с градирней.
- 30. Прямоточная система охлаждения конденсаторов паровых турбин ТЭС.
- 31. Предотвращение образования минеральных отложений и биологических обрастаний в системах охлаждения конденсаторов паровых турбин.
- 32. Виды стоков ТЭС.
- 33. Схема и принцип работы установки для нейтрализации сточных вод обессоливающих установок.
- 34. Схема и принцип работы установки, предусматривающей натрий-катионирование с частичной утилизацией сточных вод.
- 35. Схема и принцип работы установки для обезвреживания обмывочных вод РВП.
- 36. Поверхностные сточные воды.

Допуск к зачету по дисциплине в соответствии с принятой в ИАТЭ НИЯУ МИФИ балльно-рейтинговой системой оценки знаний студентов осуществляется при выполненных лабораторных работах в семестре при условии выполнения всех предусмотренных учебной программой видов учебной деятельности.

3.2. Наименование оценочного средства.

Зачет без оценки.

Для получения зачета необходимо выполнить две лабораторные работы и ответить на предложенные вопросы из списка вопросов к зачету. Ответы на вопросы необходимо самостоятельно найти из предложенных источников для самостоятельной работы.

4 Лабораторные работы.

а) описание лабораторных работ и вопросы к ним. Пример лабораторной работы

Лабораторная работа № 1. Определение концентрации хрома в воде.

В водах теплосилового хозяйства хром может содержаться главным образом в виде соединений трехвалентного хрома Cr_2O_3 , $Cr(OH)_3$, $CrPO_4$ и т.п. Однако, нельзя игнорировать возможность присутствия и и соединений шестивалентного хрома.

В природных водах хром обычно присутствует в ничтожно малых концентрациях. В воды теплосилового хозяйства он может попадать в результате коррозии конструкционных материалов, содержащих хром. Так как растворимость оксида и гидроксида хрома мала ($\Pi P(Cr(OH)_3=6,7\cdot10^{-31})$), то хром может находиться в водах теплосилового хозяйства в основном в виде коллоидных и грубодисперсных соединений. Таким образом, при определении концентрации хрома необходим перевод всех его нерастворенных форм в ионную форму.

Определение концентрации хрома (суммарной) с применением дифенилкарбазида

Наиболее чувствительной реакцией на хром является окисление дифенилкарбазида шестивалентным хромом, протекающее в кислой среде, при этом раствор приобретает красно-фиолетовую окраску. Дифенилкарбазид имеет следующую формулу:

Молярная масса его равна 242,28 г/моль. Дифенилкарбазид представляет собой почти бесцветные или розоватые мелкие кристаллы, мало растворимые даже в горячей воде, но растворимые в эфире и хлороформе, растворимые в спирте при нагревании, ацетоне и ледяной уксусной кислоте.

Перед проведением реакции весь хром должен быть окислен до шестивалентного. Так как другие окислители также могут взаимодействовать с дифенилкарбазидом, они должны быть устранены тем или иным способом. Следует заметить, что некоторые примеси из числа обычно присутствующих в водах теплосилового хозяйства, например, медь, свинец, молибден, ванадий, в большей степени кобальт, никель и примеси органических соединений, могут помешать определению концентрации хрома. Поэтому для устранения их мешающего влияния сначала весь шестивалентный хром, если он присутствует вместе с трехвалентным железом, осаждают аммиаком.

Для восстановления шестивалентного хрома в пробу, предварительно подкисленную соляной или серной кислотой, добавляют раствор соли Мора или сульфата железа (II) и смесь нагревают до кипения. В кипящую жидкость вводят азотную кислоту для окисления избытка сульфата железа (II) и осаждают его аммиаком. Осадок гидроксида железа служит сорбентом для хрома. Его отфильтровывают на бумажном фильтре, промывают и растворяют в азотной кислоте. В растворе хром окисляют до шестивалентного персульфатом аммония при каталитическом участии серебра. Избыток персульфата разрушают кипячением, а затем вводят в раствор фосфорную кислоту для связывания железа. Таким образом, в растворе остается только шестивалентный хром.

Приготовление рабочих растворов

- 1. <u>Азотная кислота</u>. Используют азотную кислоту квалификации «х.ч.», разбавленную дистиллированной водой в соотношении 1:2.
- 2. <u>Персульфат аммония</u>. Растворяют навеску 25 г соли (NH₄)₂S₂O₈ квалификации «ч.д.а.» в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100мл. Используют только свежеприготовленный раствор с массовой долей 25 %. Водные растворы персульфата аммония разлагаются уже при комнатной температуре, а при нагревании скорость их разложения увеличивается. Поэтому готовить большое количество раствора персульфата аммония не рекомендуется.
- 3. <u>Фосфорная кислота.</u> Раствор фосфорной кислоты получают разбавлением концентрированной кислоты квалификации «ч.д.а.» дистиллированной водой в соотношении 1:2.
- 4. <u>Раствор нитрата серебра.</u> Раствор нитрата серебра с массовой долей 0,4% готовят растворением навески реагента квалификации «ч.д.а.» 0,4 г в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл.
- 5. Раствор сернокислого железа или соли Мора. Навеску 5 г кристаллогидрата сульфата железа (II) FeSO₄·7H₂O или навеску 7 г соли Мора (NH₄)₂ FeSO₄·6H₂O квалификации «х.ч.» растворяют в мерной колбе вместимостью 1 л в небольшом объеме дистиллированной воды, подкисляют 1-2 мл серной кислоты, разбавленной в соотношении 1:5, и, если потребуется, фильтруют. Объем жидкости в колбе

- доводят до метки дистиллированной водой. Приготовленный раствор содержит примерно 1 мг/мл железа двухвалентного.
- 6. <u>Раствор дифенилкарбазида.</u> Навеску 250 мг реактива квалификации «ч.д.а.» растворяют в 100 мл ацетона квалификации «ч.д.а.». Раствор при хранении в склянке из темного стекла устойчив в течение 4-5 суток.
- 7. <u>Раствор аммиака.</u> Раствор аммиака с массовой долей 10% получают разбавлением концентрированного раствора.
- 8. <u>Соляная кислота</u> концентрированная квалификации «ч.д.а.», разбавленная в соотношении 1:1.
- 9. Основной стандартный раствор бихромата калия. Для приготовления этого раствора с концентрацией $100 \text{ мг/л} \text{ Cr}^{6+}$ растворяют в мерной колбе вместимотью 1 л навеску 0,2830 г K₂Cr₂O₇ квалификации «х.ч.» в 100 мл серной кислоты и доводят в мерной колбе (1 л) концентрацией 1 н объем жидкости дистиллированной водой до метки. Предварительно рекомендуют очищать бихромат калия методом перекристаллизации. Для этого навеску 100 г соли растворяют в 150 мл кипящей воды и при энергичном перемешивании выливают ра створ тонкой струей в фарфоровую чашку. После охлаждения кристаллы отфильтровывают на воронке Бюхнера и сушат в течение 2-3 часов при температуре 100 – 105 °C. Затем кристаллы измельчают и сушат при температуре 200 °C в течение 10-12 часов.
- 10. <u>Рабочий стандартный раствор.</u> Для получения рабочего стандартного раствора с концентрацией 1 мкг/мл Cr^{6+} (1 мг/л) 10 мл основного стандартного раствора разбавляют дистиллированной водой в мерной колбе до 1 л.

Выполнение анализа

К отмеренному в химический стакан объему воды, в котором может содержаться от 1 до 30 мкг хрома, добавляют 10-15 мл раствора сульфата железа (II) или соли Мора. Жидкость подкисляют 1-2 мл соляной кислоты и нагревают до кипения, которое поддерживают в течение 5-10 мин. После этого в кипящий раствор вводят 10 мл азотной кислоты и продолжают кипячение до окисления железа двухвалентного в железо трехвалентное. О полноте окисления судят, добавляя еще 5 мл азотной кислоты и происходит ли выделение оксидов азота. Окисли полностью железо (ІІ), осаждают его в виде гидроксида аммиаком, прибавляя небольшой избыток последнего. Образовавшийся осадок отфильтровывают на бумажном фильтре и промывают 3-4 раза горячей обессоленной водой, к которой добавлено несколько капель аммиака с массовой долей 10%. Собранный на фильтре осадок содержит весь хром, который находился во взятом для анализа объеме воды. При этом медь, а также органические вешества и другие примеси, которые могут мешать определению концентрации хрома, остаются в фильтрате. Промытый осадок растворяют на фильтре нагретой азотной кислотой, разбавленной в отношении 1:2, и собирают фильтрат в коническую колбу. Для растворения используют 10-15 мл кислоты, приливая ее на фильтр порциями. После растворения промывают фильтр горячей водой (15-20 мл), собирая фильтрат в туже колбу. Прибавляют к жидкости 5 мл раствора нитрата серебра, 5 мл персульфата аммония, нагревают раствор до кипения и поддерживают его в течение 15 мин. Охладив жидкость. Переносят ее в мерную колбу вместимостью 50 мл, вводят 5 мл фосфорной кислоты, раствор перемешивают и добавляют дифенилкарбазида. Через 2-3 мин колориметрируют при $\lambda_{max} = 530-550$ нм в кювете с рабочей длиной 50 мм. В качестве раствора сравнения применяют холостую пробу. Для ее приготовления к 40-50 мл дистиллированной воды добавляют 10-15 мл раствора сульфата железа и 1-2 мл соляной кислоты. Раствор нагревают до кипения, которое

поддерживают в течение 5-10 мин. После кипячения железо окисляют азотной кислотой и осаждают аммиаком. Далее проводят все те же операции, что и с анализируемой пробой. Результаты анализа находят по калибровочному графику.

Построение калибровочного графика

В нескольких химических стаканах помещают различные количества (от 1 до 25 мл, например, 1, 5, 1025 мл) рабочего стандартного раствора хрома с концентрацией 1 мкг/мл. Добавляют в каждый стакан дистиллированную воду до объема 40-50 мл, затем по 10-15 мл раствора сульфата железа (II) или соли Мора. Подкисляют раствор соляной кислотой (1-2 мл) и нагревают его до спокойного кипения, которое поддерживают в течение 5-10 мин. После этого, не прекращая кипячения, вводят в каждый стакан по 10 мл азотной кислоты и продолжают кипячение до полного окисления железа двухвалентного. О полноте окисления судят, добавляя к каждой порции еще 5 мл азотной кислоты и наблюдая, происходит или нет выделение оксидов азота. Далее осаждают железо и хром аммиаком, осадок отфильтровывают, промывают и растворяют, как описано выше. Азотнокислые растворы собирают в конические колбы. В которых проводят окисление хрома до шестивалентного состояния (см.выше). Охладив жидкости, переносят их в мерные колбы вместимостью 50 мл. добавляют фосфорную кислоту, дифенилкарбазид и через 2-3 мин колориметрируют. В качестве раствора сравнения используют холостую пробу.

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ:

- 1. В каком виде хром содержится в водах теплосиловых хозяйств?
- 2. Какая химическая реакция является наиболее чувствительной для определения шестивалентного хрома?
- 3. Какие металлы и их соединения мешают определению хрома?
- 4. Каким образом проводят выделение хрома из воды для последующего количественного определения?
- 5. Почему необходимо весь хром переводить в шестивалентное состояние?
- 6. Как готовятся основной и рабочий растворы бихромата калия?
- 7. Зачем и как проводят перекристаллизацию бихромата калия?
- 8. Что означают выражения квалификации «х.ч.» и квалификации «ч.д.а»?
- 9. Реактив с какой квалификацией наиболее чистый?
- 10. Как готовится холостая проба?

Лабораторная работа №2. Определение концентрации сульфатов с применением солей бария и этиленгликоля.

Метод предназначен для анализа неопалесцирующих, неокрашенных и слабоокрашенных вод с концентрацией от 0.5 до 20 мг/л SO_4^{2-} без концентрирования или разбавления пробы. Погрешность анализа не превышает 30% при концентрации 0.5-1 мг/л сульфат-иона и 8% - при концентрации 5-20 мг/л.

Метод основан на измерении интенсивности помутнения растворов, содержащих сульфат-ионы, в присутствии солей бария. Для стабилизации суспензии BaSO₄ в реакционную смесь вводят этиленгликоль. Анализу мешают взвешенные, окрашенные, опалесцирующие вещества, а также бикарбонаты, фосфаты и кремниевая кислота (более 200 мг/л Si). Взвешенные вещества удаляют предварительным фильтрованием пробы. Для удаления окрашенных веществ пробу воды фильтруют через активированный уголь БАУ со скоростью 2 мл/мин. Для удаления карбонатов и бикарбонатьв пробу нейтрализуют раствором соляной кислоты.

Приготовление рабочих растворов

- 1. <u>Раствор соляной кислоты.</u> Концентрированную соляную кислоту плотностью 1,19 г/мл квлификации «х.ч.» разбавляют дистилированной водой в соотношении 1:1.
- 2. <u>Раствор хлористого бария.</u> Для получения раствора хлористого бария с массовой долей 5% навеску 5 г BaCl₂ квалификации «х.ч.», предварительно высушенного при температуре 120 °C до постоянной массы, растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл.
- **3.** <u>Этиленгликоль.</u> Используют промышленный реагент HO-CH₂-CH₂-OH классификации «х.ч.».
- **4.** <u>Спирт этиловый гидролизный.</u> CH₃ CH₂-OH.
- 5. <u>Бариевый реактив.</u> Раствор хлорида бария объемом 100 мл с массовой долей 5% смешивают с 300 мл этиленгликоля и 300 мл этилового спирта. Доводят значение рН раствора до ~ 3 раствором соляной кислоты (1:1) и оставляют раствор на двое суток. После выстаивания реактивом можно пользоваться в течение 5-6 месяцев.
- 6. Основной стандартный раствор сульфата калия. Сначала готовят основной стандартный раствор, содержащий 1000 мг/л SO₄²⁻. Для этого навеску 1,8141 г сульфата калия квалификации «х.ч.», предварительно высушенного при температуре 120 °C до постоянной массы, помещают в мерную колбу вместимостью 1000 мл, растворяют в дистилированной воде и доводят объем раствора в колбе до метки.
- 7. <u>Рабочий стандартный растор.</u> Рабочий стандартный раствор, содержащий 100 мг/л сульфат-иона, готовят разбавлением основного стандартного раствора точно в 10 раз.

Построение калибровочного графика

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 0,25; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0 мл рабочего стандартного раствора сульфата калия и доводят объем раствора в колбе до метки дистиллированной водой. Концентрации SO_4^{2-} в этих колбах равны соответственно 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 10,0; 20,0 мг/л.

В несколько пробирок с притертыми пробками или в конические колбы вместимостью 25-50 мл вносят по 10 мл приготовленных калибровочных растворов, добавляют по 3 капли соляной кислоты (1:), по 10 мл бариевого реактива и тщательно перемешивают. Через 40 мин измеряют оптическую плотность при длине волны λ_{max} =315 нм в кювете с рабочей длиной 20 мм относительно дистилированной воды. Для построения калибровочного графика проводят измерение оптической плотности не менее чем в трех параллельных пробах.

Выполнение анализа

В пробирку с притертой пробкой или в коническую колбу вместимостью 25-50 мл вносят 10 мл анализируемой пробы, добавляют 3 капли соляной кислоты (1:), 10 мл бариевого реактива и тщательно перемешивают раствор. Через 40 мин измеряют оптическую плотность A_x при длине волны λ_{max} =315 нм в кювете с рабочей длиной 20 мм относительно дистилированной воды. параллельно определяют оптическую плотность холостой пробы A_k . по разности A_x - A_k , пользуясь калибровочным графиком, определяют концеентрацию сульфатов в пробе.

ФОС составили:

А.С. Шилина – доцент отделения биотехнологий, кандидат химических наук, доцент

Рецензент:

С.Б. Бурухин –доцент отделения биотехнологий, доцент

ЛИСТ СОГЛАСОВАНИЯ ФОНДА ОЦЕНОЧНЫХ СРЕДСТВ

Рассмотрен на заседании отделения

биотехнологий и рекомендован к одобрению

Ученым советом ИАТЭ НИЯУ МИФИ

(протокол № $\frac{9/1}{1}$ от « $\frac{21}{2}$ » $\frac{04}{2023}$ г.)

Начальник отделения биотехнологий ИАТЭ

OTAENEHNE MOTEXHONOLNY

нияу мифи

А.А. Котляров