

Белорусский государственный университет
Химический факультет
Кафедра радиационной химии и химико-фармацевтических технологий

Методические указания к лабораторной работе

Определение содержания фосфатов в воде

Определение содержания фосфатов в воде

Концентрация фосфатов является одним из показателей состояния поверхностных вод в районе расположения АЭС. Данный анализ проводят согласно регламенту комплексного экологического мониторинга не реже 5 раз в год.

В природных и сточных водах фосфор может присутствовать в разных видах. В растворенном состоянии он может находиться в виде ортофосфорной кислоты (H_3PO_4) и ее анионов в виде мета-, пиро- и полифосфатов. Кроме того, существуют разнообразные фосфорорганические соединения – нуклеиновые кислоты, нуклеопротеиды, фосфолипиды и др., которые также могут присутствовать в воде, являясь продуктами жизнедеятельности или разложения организмов. К фосфорорганическим соединениям относятся также некоторые пестициды.

Минерализация приводит к превращению в ортофосфаты всех, даже труднорастворимых, форм фосфатов в воде. Таким образом, определяется содержание общего фосфора в любой воде (этот показатель можно определять как для растворенных фосфатов, так и для нерастворимых соединений фосфора). Однако для природных вод, не содержащих или содержащих незначительное количество трудногидролизующихся фосфатов в твердой фазе, минерализации обычно не требуется, и полученный при анализе гидролизованной пробы результат с хорошим приближением может быть принят за содержание общего фосфора.

На Белорусской АЭС предусмотрены две отдельные системы канализации. В хозяйственно–бытовую канализацию зоны «строгого» режима предусмотрено поступление сточных вод от санузлов реакторного отделения, спецкорпуса, здания переработки радиоактивных отходов, а так же от душевых, воды от санпропускников после их дозиметрического контроля. В хозяйственно – бытовую канализацию зоны «свободного» режима отводятся бытовые сточные воды от промышленной и строительной площадок АЭС. Хозяйственно-бытовые сточные воды подвергаются полной биологической очистке и доочистке на очистных сооружениях канализации атомной станции.

Основным источником поступления фосфатов в окружающую среду являются сточные воды канализации зоны «свободного» режима, причем 70% поступления фосфатов обусловлены фосфатными компонентами, входящими в состав синтетических моющих средств.

ПДК фосфатов в воде водоемов составляет $3,5 \text{ мг/дм}^3$ в пересчете на ортофосфат-анион PO_4^{3-} .

Диапазон определяемых концентраций ортофосфатов в воде при визуально-колориметрическом определении – от 0,2 до 7,0 мг/дм³, при фотометрическом определении – 0,01–0,4 мг/дм³. Определение визуально-колориметрическим методом возможно и при концентрации ортофосфатов более 7,0 мг/дм³ после соответствующего разбавления пробы чистой водой.

Сущность метода. Метод основан на взаимодействии фосфат-ионов в кислой среде с молибдатом аммония и образованием фосфорно-молибденовой гетерополиокислоты, которая восстанавливается хлоридом олова (II) до фосфорно-молибденового комплекса ("молибденовой сини"), окрашенного в голубой цвет. Максимум светопоглощения соответствует длине волны $\lambda = 690$ нм.

Порядок выполнения работы

1. Оборудование и реактивы

Спектрофотометр Nuch-Lange dr6000, электроплитки, штативы, мерные колбы на 50, 100 и 1000 см³, плоскодонные колбы, пипетки стеклянные на 5 мл, мерный цилиндр, дозатор, молибдат аммония, хлорид олова(II), дигидрофосфат калия, раствор серной кислоты ($\rho=1,84$ г/см³).

2. Приготовление необходимых растворов

1. Кислый раствор молибдата аммония. Растворяют 25 г $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ в 600 см³ воды. К раствору при перемешивании и охлаждении добавляют 340 см³ H_2SO_4 (конц). После охлаждения раствор помещают в мерную колбу на 1 литр и доводят до метки дистиллированной водой. Раствор используют через 48 часов. Хранят в темноте.

2. Суспензия хлорида олова. Раствор хлорида олова (II) готовят разбавлением концентрированного раствора, так как восстанавливающая смесь должна быть свежеприготовленной. 2,5 см³ концентрированного раствора олова доводят до 10 см³ дистиллированной водой. Концентрированный раствор готовят растворением 2 г $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в 50 см³ 10% соляной кислоты (18,4 концентрированной кислоты разбавляют до 50 см³).

3. Стандартный раствор с концентрацией фосфат-иона 0,1 г/ дм³ (раствор А). Растворяют 0,1433 г предварительно высушенного в течении 2 ч при 105°C KH_2PO_4 в дистиллированной воде и разбавляют до 1 дм³ в мерной колбе.

4. Стандартный раствор с концентрацией фосфат-иона 1 мг/дм³ (раствор Б): 1 см³ раствора А помещают в мерную колбу на 100 см³ и доводят до метки

дистиллированной водой. Рабочий стандартный раствор готовят в день употребления.

3. Определение содержания фосфатов в пробах воды

Готовят серию калибровочных растворов. Для этого в 5 мерных колб на 50 см^3 добавляют 0,15; 0,2; 0,25; 0,3; 0,35 см^3 стандартного раствора Б и доводят дистиллированной водой до метки (концентрации полученных растворов равны 0,03; 0,04; 0,05; 0,06; 0,07 $\text{мгPO}_4^{3-}/\text{дм}^3$ соответственно), после чего переносят в конические колбы.

Отбирают для анализа 3 пробы исследуемой воды объемом 50 см^3 и переносят в конические колбы.

К исследуемым и калибровочным растворам добавляют 1 см^3 кислого раствора молибдата. Через 5 минут вносят $0,1\text{ см}^3$ суспензии хлорида олова и через 10 минут проводят измерения при 690 нм в кювете с длиной оптического пути 10 мм. Строят калибровочный график и определяют содержание фосфатов в исследуемых пробах. Проводят статистическую обработку и делают выводы.

Вопросы для контроля усвоения знаний

1. Приведите значение ПДК фосфатов для питьевой воды.
2. На чем основан метод определения фосфатов в воде?
3. Какие восстановители, помимо хлорида олова (II), используют при определении фосфатов в воде?

Литература

1. Фомин Г.С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам/ Г.С. Фомин. – М.: "Протектор", 2010. –1008 с.
2. Лурье Ю. Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод/ Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1984. - 448 с.
3. Муравьев А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами / А.Г. Муравьев. – Спб.: Крисмас, 2004. – 248 с.
4. Вода. Методы определения фосфорсодержащих веществ (с Поправкой): ГОСТ 18309-2014. – Введ. 01.01. 2016 Москва: Межгос. Совет по стандартизации, метрологии и сертификации: Стандартинформ, 2015. – 21 с.