Эта часть работы выложена в ознакомительных целях. Если вы хотите получить работу полностью, то приобретите ее воспользовавшись формой заказа на странице с готовой работой:
https://stuservis.ru/kursovaya-rabota/388873

Тип работы: Курсовая работа

Предмет: Аналитическая химия

Введение 4
1 Методы определения концентрации растворенного кислорода в воде 6
1.1 Метод йодометрического титрования – метод Винклера 7
1.2 Метод с использованием амперометрического датчика 9
1.3 Кулонометрический метод 11
1.4 Фотометрический метод 13
1.4.1 Определение с индигокармином 13
1.4.2 Колориметрическое определение с применением сафранина Т 14
1.4.3 Визуально-колориметрический метод с метиленовым голубым 14
1.4.4 Определение с ароматическими соединениями 14
1.4.5 Определение с неорганическими соединениями 15
1.5 Применение капиллярного электрофореза для определения растворенных газов в пробах воды 16
1.6 Фотометрический метод автоматического действия 16
2 Современные исследования для определения растворенного кислорода в воде 18
2.1 Синтез наночастиц палладия на поверхности золотого электрода для определения растворенного кислорода в воде 18
2.2 Биоэлектрический датчик растворенного кислорода, работающий в режиме реального времени 18
2.3 Простой флуоресцентный зонд для определения растворенного кислорода на основе каталитической активации кислорода хелатами железа(II) 19
2.4 Электрохимический сенсор для определения растворенного кислорода электродом, модифицированным никель-саленовой полимерной пленкой 20
2.5 Датчик на основе пористого пластикового зонда для определения растворенного кислорода в морской воде 22
2.6 Хемирезисторный датчик на основе металлополимера кобальта-салена для определения растворенного молекулярного кислорода 23
2.7 Высокоточный метод определения растворенного кислорода: гравиметрический метод Винклера. 23
2.8 Прочный двойной датчик с магнитным восстановлением частиц: мониторинг глюкозы и растворенного кислорода в режиме реального времени 24
2.9 Контроль содержания растворенной молекулы кислорода трибоэлектрохимическим поведением нержавеющей стали 25
3 Оксиметры – анализаторы кислорода 27
3.1 Метод работы 27
3.2 Основные виды 28
3.3 Примеры оксиметров 29
Заключение 32
Библиографический список 34

1 Методы определения концентрации растворенного кислорода в воде

Кислород постоянно присутствует в растворенном виде в поверхностных водах. Содержание растворенного кислорода в воде характеризует кислородный режим водоема и имеет важнейшее значение для оценки его экологического и санитарного состояния. Кислород должен содержаться в воде в достаточном количестве, обеспечивая условия для дыхания гидробионтов. Он также необходим для самоочищения водоемов, т.к. участвует в процессах окисления органических и других примесей, разложения отмерших организмов. Снижение концентрации РК свидетельствует об изменении биологических процессов в водоеме, о загрязнении водоема биохимически интенсивно окисляющимися веществами (в первую очередь органическими). Потребление кислорода обусловлено также химическими процессами окисления

содержащихся в воде примесей, а также дыханием водных организмов.
Содержание РК определяют как в незагрязненных природных водах, так и в сточных водах после очистки. Процессы очистки сточных вод всегда сопровождаются контролем содержания кислорода. Определение РК является частью анализа при определении другого важнейшего показателя качества воды – биохимического потребления кислорода (БПК).
Растворимый кислород – сложный элемент при отборе проб, так как является неустойчивым компонентом химического состава вод. Поэтому отбор проб необходимо проводить тщательно. Главное условие - избегать контакта воды с воздухом до фиксации кислорода (связывания его в нерастворимое соединение).

Метод йодометрического титрования – метод Винклера

Самым распространенным, главным и общепринятым при санитарно-химическом и экологическом контроле является метод йодометрического титрования[4].
Метод йодометрического титрования проводится в несколько этапов:
1) Сначала в анализируемую воду добавляют соль марганца двухвалентного, который в щелочной среде реагирует с растворенным кислородом (тем самым фиксирует этот самый анализируемый кислород, количественно связываясь с ним) с образованием нерастворимого дегидратированного гидроксида Mn (IV) по уравнению:
$2Mn^{(2+)}+ O_2+4OH^- \rightarrow 2MnO(OH)_2\downarrow$ (1)
2) Далее к пробе добавляют раствор сильной кислоты (как правило, соляной или серной) для растворения осадка и раствор йодида калия, в результате чего протекает химическая реакция с образованием свободного йода по уравнению:
$MnO(OH)_2+2I^-+4H^+ \rightarrow Mn^{(2+)}+I_2+3H_2O$ (2)
3) Затем свободный йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала, который добавляют для лучшего определения момента окончания титрования:
$I_2+2S_2O_3^{(2-)} \rightarrow 2I^-+S_4O_6^{(2-)}$ (3)
О завершении титрования судят по исчезновению синей окраски (обесцвечиванию) раствора в точке эквивалентности. Количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, пропорционально концентрации растворенного кислорода.
При использовании метода Винклера возможно, помимо йодометрического, и колориметрическое его определение. Так, по цвету осадка, образовавшегося после добавления в пробу воды растворов NaOH + KJ, можно ориентировочно судить о количестве растворенного кислорода. Если его много, осадок быстро побуреет, легкое побурение осадка указывает на недостаток кислорода. При полном отсутствии кислорода осадок остается совершенно белым.
Более точным показателем является цвет раствора, получившегося после растворения осадка кислотой. В том случае, если в исследуемой воде кислорода не было, жидкость окажется бесцветной, если немного — она станет бледно-желтой, если много — раствор окрасится в интенсивный коричневый цвет. Для определения содержания кислорода используются различным образом подготовленные стандартные растворы и цветные шкалы.
Одной из наиболее удачных можно признать цветную шкалу, предложенную Т. Т. Соловьевым. Цветная шкала имеет интервал 0,5 мг/л, благодаря чему достигается точность до 0,2-0,25 мг/л.
Колориметрический метод ускоряет работу, исключая ошибки, возможные при титровании. Анализ воды может быть проведен непосредственно на водоеме, без доставки проб в лабораторию, что особенно важно при рыбохозяйственном обследовании рек, озер, водохранилищ.
В сточных и загрязненных поверхностных водах могут присутствовать компоненты, оказывающие мешающее влияние и искажающие результаты определения РК методом Винклера. К таким компонентам относятся следующие загрязняющие вещества:
1. Взвешенные и окрашенные вещества. Они могут помешать определению, адсорбируя йод на своей поверхности или химически взаимодействуя с ним. При наличии в анализируемой воде взвешенных веществ их отделяют отстаиванием либо осветлением при добавлении раствора алюмокалиевых квасцов и аммиака.
2. Биологически активные взвешенные вещества (например, активный ил биохимических очистных сооружений). Пробы сточных вод, содержащие плохо оседающие взвешенные вещества, которые могут вызвать снижение концентрации кислорода вследствие продолжающейся жизнедеятельности

микроорганизмов, необходимо осветлять также прибавлением раствора алюмокалиевых квасцов при одновременном добавлении токсичного для микроорганизмов вещества (растворов сульфаминовой кислоты, хлорида ртути или сульфата меди) сразу после отбора пробы.
3. Восстановители, реагирующие с выделенным йодом в кислой среде (сульфиты, тиосульфаты, сульфиды). Для устранения влияния восстановителей используют метод Росса, основанный на добавках к пробам растворов гипохлорита натрия NaOCl, хлорной извести $CaOCl_2$ и роданида калия KNCS.
4. Окислители, выделяющие йод из йодида калия (активный хлор, нитриты, катионы железа (III) и др.). Влияние железа (III) устраняется добавлением раствора фторида калия.

1.2 Метод с использованием амперометрического датчика

Подавляющее число использующихся в настоящее время анализаторов растворенного кислорода основано на амперометрическом принципе детектирования. В таких анализаторах в качестве чувствительного элемента используется сенсор Кларка, в котором измерительная электродная система отделена от анализируемой среды кислород-проницаемой мембраной.
Метод основан на использовании амперометрического датчика, состоящего из камеры, окруженной селективной мембраной, и двух металлических электродов. Мембрана практически непроницаема для воды и растворенных ионов, но пропускает кислород. Электроды погружены в раствор электролита. Из-за разности потенциалов между электродами кислород из контролируемой среды, проходя через мембрану, восстанавливается на катоде. Сигнал тока, вырабатываемый при этом в датчике, пропорционален массовой концентрации растворенного кислорода при фиксированных температуре и атмосферном давлении[5].

Анализируемую пробу объемом 150-200 см помещают в коническую колбу вместимостью 250см3 и проводят следующие операции:
- опускают в колбу стержень магнитной мешалки;
- вставляют датчик в склянку, уплотнив его в горле склянки с помощью резинового кольца, установленного на измерительную часть датчика(рис.1);
- устанавливают склянку на магнитную мешалку и включают ее;
- после установления показаний в соответствии с указаниями технической документации анализатора (датчика) регистрируют полученное значение.
Если показания при измерении концентрации кислорода медленно уменьшаются и не устанавливаются за требуемое в руководстве по эксплуатации время, то измерения необходимо остановить, выявить и устранить причину и провести повторные измерения. Одна из возможных причин - наличие на мембране датчика воздушных пузырьков.

Библиографический список

1. Li, X., Chu, H. P. Membrane bioreactor for the drinking water treatment of polluted surface water supplies. Water Research, 37(19), 2003. P.4781–4791.
2. Chen, Y.-P., Liu, S.-Y., Yu, H.-Q. A simple and rapid method for measuring dissolved oxygen in waters with gold microelectrode. Analytica Chimica Acta, 598(2), 2007. P.249–253.
3. Battino, R., Clever, H. L. The Solubility of Gases in Liquids. Chemical Reviews, 66 (4), 1966. P.395-463.
4. Муравьев А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами. 3-е изд., доп. и перераб. СПб.:«Крисмас+», 2004. 248 с.
5. ГОСТ Р 58797-2020. Национальный стандарт Российской Федерации. Вода питьевая, расфасованная в емкости. Определение массовой концентрации растворенного кислорода. Методика измерений. Дата введения 2020-06-01. М.: Стандартинформ, 2020.
6. А.В. Гурская. Кулонометрическое определение кислорода. Теория и практика. Вестник СПбГУ, серия 4, №1, 2014. стр. 91-102.
7. ОСТ 34-70-953.23-92. Воды производственные тепловых электростанций. Методы определения кислорода. Дата введения 01.07.93
8. Razee, S., Tamura, A., Emara, S., Masujima, T. Application of capillary electrophoresis for the determination of dissolved gases in water samples. Analytica Chimica Acta, 356(1), 1997. p.1–6.
9. Sanz-Martínez, A., Ríos, A., Valcárcel, M. Determination of dissolved oxygen by use of a spectrophotometric flow-through sensor. Analytica Chimica Acta, 284(1), 1993. p.189–193.

10. Y. Z. Song, Weihao Song, L. Qian, J.H.Wang, X.M.Zhang, Xiaomeng Lü, Jimi Xie. Synthesis of Palladium Nanoparticles on the Surface of Gold Electrode for Determination of Dissolved Oxygen in Water. International Journal of Electrochemical Science, Vol. 9, 2014. P.6843 – 6851.
11. Yongyun Li, Yahui Chen, Yi Chen, Renwei Qing. Fast deployable real-time bioelectric dissolved oxygen sensor based on a multi-source data fusion approach. Chemical Engineering Journal, Vol. 475, 2023.
12. Luo, W., Abbas, M. E., Zhu, L., Zhou, W., Li, K., Tang, H., Li, W. A simple fluorescent probe for the determination of dissolved oxygen based on the catalytic activation of oxygen by iron(II) chelates. Analytica Chimica Acta, 640(1-2), 2009. p.63–67.
13. Martin, C. S., Dadamos, T. R. L., Teixeira, M. F. S. Development of an electrochemical sensor for determination of dissolved oxygen by nickel–salen polymeric film modified electrode. Sensors and Actuators B: Chemical, 175, 2012. p.111–117.
14. Guo, L., Ni, Q., Li, J., Zhang, L., Lin, X., Xie, Z., Chen, G. A novel sensor based on the porous plastic probe for determination of dissolved oxygen in seawater. Talanta, 74(4), 2008. p.1032–1037.
15. Pereira, C. F., Olean-Oliveira, A., David-Parra, D. N., Teixeira, M. F. S. A chemiresistor sensor based on a cobalt(salen) metallopolymer for dissolved molecular oxygen. Talanta, 190, 2018. p.119–125.
16. Helm, I., Jalukse, L., Leito, I. A highly accurate method for determination of dissolved oxygen: Gravimetric Winkler method. Analytica Chimica Acta, 741, 2012. p.21–31.
17. Mao, Y., Mei, Z., Liang, L., Zhou, B., Tian, Y. Robust and magnetically recoverable dual-sensor particles: Real-time monitoring of glucose and dissolved oxygen. Sensors and Actuators B: Chemical, 262, 2018. p.371–379.
18. Mary, N., Ter-Ovanessian, B., Normand, B. Growth mechanism and repassivation kinetic determinations on stainless steel under sliding: Role of the solution pH and dissolved oxygen concentration. Wear, 460-461, 2020.

Эта часть работы выложена в ознакомительных целях. Если вы хотите получить работу полностью, то приобретите ее воспользовавшись формой заказа на странице с готовой работой:
https://stuservis.ru/kursovaya-rabota/388873