

LATVIJAS UNIVERSITĀTE
ĶĪMIJAS FAKULTĀTE

**DZERAMĀ ŪDENS KVALITĀTES IZVĒRTĒJUMS TUKUMA
PILSĒTĀ**

BAKALaura DARBS

Darba autors: **Madara Babrovska**

stud.apl. mb07061

Darba vadītāja: ķīm. maģ. lektore Zenta Balcerbule

RĪGA

2010

KOPSAVILKUMS

Dzeramā ūdens kvalitātes izvērtējums Tukuma pilsētā. M. Babrovska, zinātniskais vadītājs ķīm. maģ. lekt. Zenta Balcerbule, kursa darbs, 54 lappuses, 18 attēli, 13 tabulas, 18 literatūras avoti, 17 internetresursi, 4 pielikumi. Latviešu valodā.

DZERAMAIS ŪDENS, VIRSZEMES ŪDENS, HLORĪDJONI, DZELZS JONI, SULFĀTJONI, FOSFĀTJONI, ŪDENĪ IZŠĶĪDUŠAIS SKĀBEKLIS, ĶĪMISKAIS SKĀBEKĻA PATĒRIŅŠ, ŪDENS CIETĪBA, RENTGENDIFRAKTOMETRIJA RENTGENFLUORESCENCE.

Darbā ir aplūkotas ūdenī izšķīdušā skābekļa, ķīmiskā skābekļa patēriņa, ūdens cietības, hlorīdjonu, dzelzs jonu, sulfātjonu un fosfātjonu noteikšanas metodes, kā arī rentgendifraktometrija un rentgenfluorescence. Tika noskaidrots 7 ūdens paraugu kvantitatīvais sastāvs. Nosakot šos parametrus iespējams raksturot dzeramā ūdens kvalitāti.

ABSTRACT

Quality evaluation of drinking water in Tukums city. M. Babrovska, scientific supervisor Chem. Mag. lect. Zenta Balcerbule, bachelor work, 54 pages, 18 pictures, 13 tables, 18 literature sources, 17 website sources, 4 additions. In latvian.

DRINKING WATER, SURFACE WATER, CHLORINE IONS, IRON IONS, SULPHATE IONS, PHOSPHATE IONS, IN WATER DISSOLVED OXYGEN, CHEMICAL OXYGEN DEMAND, WATER HARDNESS, X-RAY DIFFRACTOMETRY AND X-RAY FLUORESCENCE.

In the work is viewed dissolved oxygen, chemical oxygen demand, water hardness, chlorine ion, iron ion, sulphate ion and phosphate ion detection methods also x-ray diffractometry and X-ray fluorescence. Was found quantitative composition of 7 water samples. Determining these parameters it is possible to characterize drinking water quality.

SATURS

Kopsavilkums	2
Abstract.....	3
Saturs	4
Ievads.....	5
Ievads.....	5
1. Literatūras apskats	6
1.2. Ūdenī izšķīdušais skābeklis	7
1.3. Ķīmiskais skābekļa patēriņš	9
1.4. Ūdens cietība	11
1.5. Hlorīdjonu noteikšanas metodes.....	13
1.6. Dzelzs jonu noteikšanas metodes	18
1.7. Sulfātjoni ūdeņos	21
1.8. Fosfātjonu noteikšana	22
1.9. Rentgenmetodes ūdens sausā atlikuma analīzei	24
2. Eksperimentālā daļa.....	26
2.1. Darbā izmantotā aparatūra.....	26
2.2. Ūdens paraugu raksturojums	26
2.3. Vinklera metode ūdenī izšķīdušā skābekļa noteikšanai	27
2.4. Ķīmiskā skābekļa patēriņa noteikšana.....	29
2.5. Kompleksonometriskā ūdens cietības noteikšana	30
2.6. Merkurimetriska hlorīdjonu noteikšana.....	31
2.7. Spektrofotometriska dzelzs(II) jonu noteikšana	32
2.8. Turbidimetriska sulfātjonu noteikšana	34
2.9. Fosfātjonu spektrofotometriska noteikšana	35
3. Rezultāti un to izvērtējums	38
3.1. Dzeramā ūdens ķīmiskais sastāvs.....	38
3.2. Virszemes ūdens paraugi	45
Secinājumi	48
Izmantotā literatūra.....	49
PIELIKUMS.....	52
1. Pielikums. Riska un drošības frāzes	52
2. Pielikums. Privātmājas krāna ūdens rentgendifraktogramma	53
3. Pielikums. Sausā atlikuma rentgenfluorescences spektrs.....	54

IEVADS

Ūdens - ķīmiska viela, kas ir visa dzīvā pamats un klāj apmēram 3/4 Zemes virsmas. No kopējā ūdens daudzuma 95% atrodas saistītā veidā iežos un tādēļ nav pieejams lietošanai. Tātad tikai 5% no kopējā Zemes ūdens daudzuma piedalās ūdens apritē. Savukārt, no šiem 5% pieejamā ūdens daudzuma, 2,1% veido sniegi un ledāji, bet 97,3% - pasaules jūras un okeāni. Pārējais ir Zemes atmosfēras tvaiku, pazemes ūdeņu, ezeru un upju saldūdens krājumi.

Ūdens ir visvairāk patērētais pārtikas produkts, tāpēc ir svarīgi, lai tas nesaturētu cilvēka veselībai kaitīgus elementus. Sakarā ar to, ka Tukuma pilsētas Dome plāno paplašināt maģistrālo kanalizācijas vadu Durbes mikrorajonā [1], ir izvēlēts šāds darbs, lai varētu izvērtēt atšķirības starp pašreiz mikrorajonā lietoto un Tukuma pilsētas piegādāto dzeramo ūdeni. Privātmājas akas ūdens daudzumu stipri ietekmē laika apstākļi, līdz ar to arī ūdens kvalitāte ir no tā atkarīga. Tā kā ūdens paraugi ņemti regulāri 6 mēnešu garumā, šis laika periods ietver rudens, ziemas un pavasara mēnešus, ir iespējams pētīt piesārņojuma sezonālo raksturu, tā atkarību no gaisa temperatūras, piemēram, izšķīdušā skābekļa daudzums.

Durbes mikrorajons atrodas tādā kā ieplakā attiecībā pret Tukuma pilsētas centru un Jauntukuma mikrorajonu. Aka, kas apgādā privātmājas ar dzeramo ūdeni atrodas paugura pakājē, bet privātmājas – zemāk ieplakā, tādēļ ņem dažus virszemes ūdeņu paraugus, lai varētu izvērtēt to iespējamo ietekmi uz akas ūdens kvalitāti.

MK noteikumi Nr.235 "Dzeramā ūdens obligātās nekaitīguma un kvalitātes prasības, monitoringa un kontroles kārtība" nosaka dažādu ķīmisko parametru robežkoncentrācijas dzeramajam ūdenim un virszemes ūdeņiem, kurus izmanto dzeramā ūdens ieguvei. Vadoties pēc šīm robežvērtībām arī tiek spriests par ūdens kvalitāti.

Mērķis – izvērtēt dzeramā ūdens ķīmisko sastāvu no dažādiem ieguves avotiem Tukuma pilsētā.

Uzdevumi:

- 1) titrimetriski noteikt ūdenī izšķīdušā skābekļa daudzumu, ķīmisko skābekļa patēriņu, ūdens cietību un hlorīdjonu saturu dzeramā ūdens paraugiem;
- 2) fotometriski noteikt dzelzs, sulfātjonu un fosfātjonu saturu;

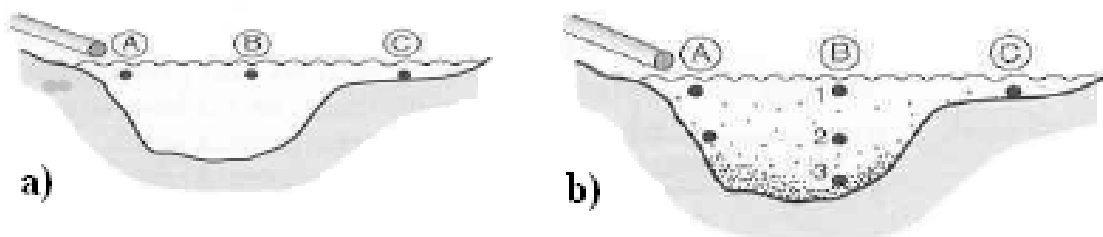
1. LITERATŪRAS APSKATS

1.1. Pareiza ūdens paraugu ņemšana

Parauga ņemšanas galvenais mērķis ir to fizikālo, ķīmisko un bioloģisko parametru pārbaude. Ikviens paraugs ir jāpaņem tā, lai tas pilnīgi raksturotu analizējamo objektu, kā arī jānodrošina tas, lai laikā starp paraugu ņemšanu un analīžu veikšanu, ar to nenotiek nekādas izmaiņas. Atkarībā no pētījuma mērķa ir jānosaka paraugu ņemšanas vieta, biežums, kā arī nepieciešamības gadījumā priekšapstrāde. Paraugu ņemšanas programmas tiek izstrādātas, lai noteiktu atsevišķu parametru koncentrācijas līmeņa kārtu vai slodzi izvēlētās vietās, lai varētu veikt pētījumu par izmaiņām atkarībā no kāda cita parametra, piemēram, laika apstākļiem, gadalaikiem. Periodiskie paraugi tiek ņemti pēc noteiktiem laika intervāliem, lai veiktu kvalitātes kontroli ilgākā laika posmā.

Dzēramā ūdens paraugu parasti ņem no krāna, kas pievienots tieši galvenajai ūdens padeves caurulei. Paraugu ņemšanas krāns nedrīkst būt ar sadalītāju, pretšļakatu vai citām ierīcēm, un tam ir jābūt sterilizējamam ar liesmu. Trauks jānovieto zem krāna tā, lai tas nebūtu tieši savienots un nesaskartos ar krānu. Gandrīz vienmēr fizikāli ķīmisko ūdens kvalitātes rādītāju noteikšanai traukus nepieciešams papildīt pilnībā un noslēgt tā, lai virs parauga nepaliktu gaiss. Tas novērš mijiedarbību ar gāzes fāzi un saskalošanos transportēšanas laikā, tiek novērsta oglekļa dioksīda satura izmaiņas, līdz ar to arī pH izmaiņas. Paraugu ņemšanai piemērotas polietilēna vai borsilikāta stikla pudeles [2].

Lai virszemes ūdens paraugs būtu reprezentatīvs, tam jāatspoguļo visa ūdens tilpne kopumā. Noteicoša loma var būt parauga ņēmēja fiziskajai atrašanās vietai. Ņemot paraugu ir nepieciešams pudeli pilnībā iegremdēt ūdenī. Šādā veidā ņemt paraugus ir iespējams tikai tad, ja ir piekļuve ūdens tilpnei, piemēram, no tilta, piestātnes, iebrienot ūdenī vai arī no laivas. Iebrīst ūdens tilpnē un iegūt reprezentatīvu paraugu var tad, ja to ņem upē un pret straumi – tā, lai no upes gultnes sediments nenokļūtu paraugā [3]. Ūdens paraugus no upēm var ņemt dažādi – a) variants - ar upes šķērsriezumu un b) variants - dažādos dziļumos, skat. 1.1.att. [4].



1.1.att. Ūdens paraugu ņemšana no upes

Ja ūdens tilpne ir pārāk dziļa, lai tajā iebristu vai arī ūdens paraugi ir jāņem dažādos dziļumos, tad ir nepieciešams izmantot papildu ierīces paraugu ņemšanai, piemēram, smeļamo kausu, peristaltisko pumpi, zemūdens pumpi vai spaini. Neatkarīgi no ūdens parauga ņemšanas metodes ir jāveic piesardzības pasākumi, lai paraugs būtu reprezentatīvs un netiktu kompromitēts. Plastmasas spaini var izmantot paraugu ņemšanai, lai mērītu tādas lielumus kā pH, temperatūru un konduktivitāti, kā arī amonija, nitrāta- nitrīta, fosfora jonus un kopējo organisko oglekli. Zemūdens sūkņu priekšrocības ir tādas, ka ūdens paraugs uzreiz nonāk savācamajā traukā un tos var izmantot vairākkārt [3].

1.2. Ūdenī izšķīdušais skābeklis

Nosakot izšķīdušo skābekli, mēra gāzveida skābekļa daudzumu, kas izšķīdis ūdenī, tas ir viens no svarīgākajiem parametriem ūdens sistēmās. Skābeklis ir nepieciešams aerobo organismu metabolisma procesos, tādēļ zināšanas par skābekļa šķīdības dinamikas sadalījumu ir būtiski interpretēt, lai izprastu bioloģiskos un ķīmiskos procesus ūdenstilpēs.

Skābeklis ūdenī nonāk difūzijas ceļā no apkārtējā gaisa un kā fotosintēzes procesa blakusprodukts. Izšķīdušā skābekļa daudzums ir ļoti atkarīgs no temperatūras - jo siltāks ūdens, jo mazāk skābekļa izšķīdis. Atmosfēras spiediens arī ietekmē tā daudzumu [5]. Virszemes ūdens pH vērtība ir nelineārā atkarībā attiecībā pret izšķīdušā skābekļa līmeni. Palielinot ūdens temperatūru, palielinās tā pH, kas novērojams arī ar skābekli piesātinātā ūdenī, ja O₂ līmenis pārsniedz 110%, piemēram, ūdens pH vērtība var sasniegt 9, ja ūdenī izšķīdušā skābekļa daudzums ir 8 - 9 mg/L atkarībā no temperatūras [6].

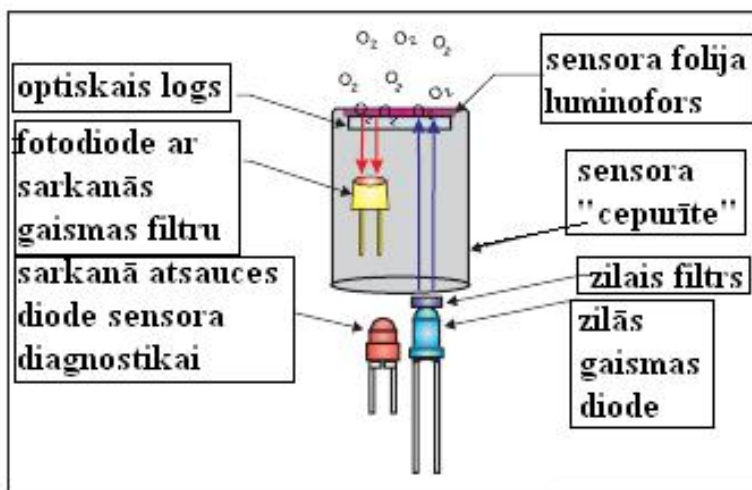
Trīs galvenie iemesli, kas samazina izšķīdušā skābekļa daudzumu ūdenī ir:

- Pārāk augsta ūdens temperatūra, kuras ietekmē molekulu palielinātās aktivitātes dēļ skābekli izspiež no kustīgo ūdens molekulu starptelpas;
- Ja ūdenī ir pārāk daudz baktēriju un mikroorganismu, kuri izmanto skābekli, lai nodrošinātu sev dzīvības procesus;
- Palielināts fosfātu daudzums ūdenī, kas paātrina ūdensaugu augšanu un līdz ar to palielina pieprasījumu pēc skābekļa.

Ja ūdens paraugs tiek ņemts no virszemes ūdeņiem, tad ir jāņem vērā tas, ka vismazāk skābekļa ir tieši pirms rītausmas, dienas laikā skābekļa daudzums arvien pieaug un maksimumu sasniedz vēlā pēcpusdienā. Naktī skābekļa koncentrācija var noslīdēt zem 4 mg/L, kas ir minimālā koncentrācija, lai ūdenī dzīvotu tādas zivis kā līdakas [7].

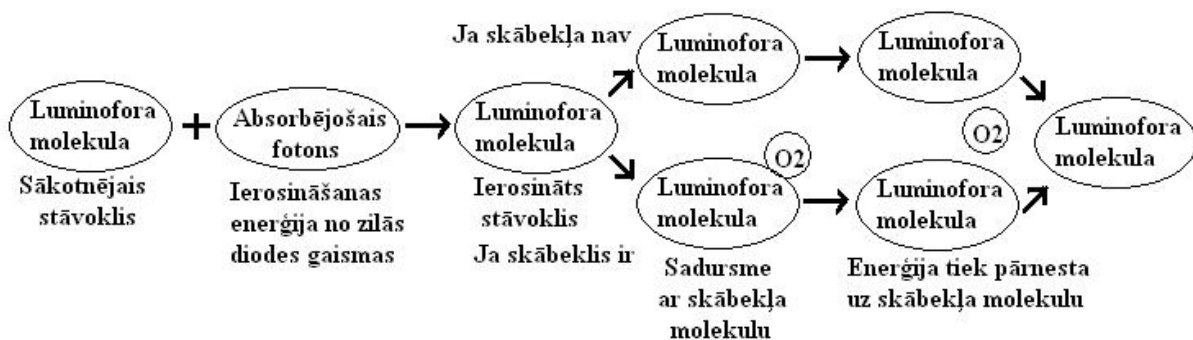
Parasti izšķīdušā skābekļa noteikšanai izmanto kādu no trim metodēm - Vinklera titrēšanu, noteikšanu ar elektroķīmisko sensoru (polarogrāfisku vai galvanisku šūnu) vai ar

sensoru, kura darbība balstīta uz luminiscenci. Tieši luminiscences sensoriem ir daudz priekšrocību salīdzinot ar membrānu elektrodiem, piemēram, skābeklis netiek patērēts elektroķīmiskā reakcijā, nav nepieciešama analizējamā parauga plūsma precīziem mērījumiem, reaģē ātrāk uz temperatūras un izšķīdušā skābekļa daudzuma izmaiņām, nolasījumi ir stabili un nedreifē, uzglabāšanas un kalibrēšanas prasības ir maksimāli samazinātas, ilgāks izmantošanas laiks, tiem ir laba korelācija ar Vinklera titrēšanu, bez tam luminiscences sensori ir precīzi un to ekspluatācijas izmaksas ir mazākas. Šie sensori ir piemēroti tam, lai varētu noteikt izšķīdušā skābekļa līmeni uz vietas – uzreiz pēc parauga ņemšanas. Apgaismojot skābekļa specifisku luminoforu ar zilu gaismu izstarojošu diodi, luminofora molekulas iespiežas gāzu caurlaidīgā sensora folijā un emitē sarkanos fotonus, skat. 1.2. att.:



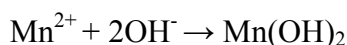
1.2. att. Luminiscences sensora uzbūves shēma

Luminiscences ilgums ir apgriezti proporcionāls izšķīdušā skābekļa koncentrācijai. Optiskie sensori ir īpaši precīzi, ja koncentrācija ir zem 2 mg/L – diapazons, kurā lielākā daļa membrānu elektrodi bieži uzrāda neprecīzus rezultātus. Analīzes būtība ir attēlota 1.3. att., kurā shematiski parādīts, kā darbojas luminiforais sensors [8]:

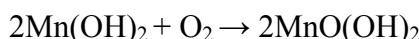


1.3. att. Luminofora ierosināšanas shēma

Skābekļa noteikšanai visbiežāk lieto Vinklera metodi. Samērā vienkārši izpildāma metode, kurā skābekli nosaka jodometriski. Ar šo metodi noteikšana ir iespējama, ja skābekļa masas koncentrācija nav mazāka par 0,2-0,3 mg/L. Vinklera metodes būtība ir šāda: - ūdens paraugam pievieno mangāna(II) sāļu šķīdumu bāziskā vidē. Rodas mangāna(II) hidroksīds:



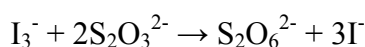
Mangāna(II) hidroksīdu oksidē ūdenī esošais skābeklis:



Pēc tam pievieno kālija jodīda šķīdumu un pielej skābi. Rodas I_2 , kas tiek saistīts trijodīdjonā I_3^- , jo KI šķīdums tiek pielietots pārākumā:



Trijodīdjonus titrē ar nātrija tiosulfāta šķīdumu cietes klātbūtnē [2]:

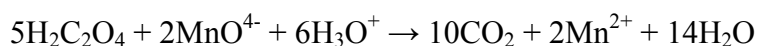


Skābekli ūdenī vēl var noteikt ar ierīcēm, kuru darbība balstās uz polarogrāfiskiem principiem. Starp skābekļa elektroģenerēšanos uz cieta indikatorelektroda un skābekļa koncentrāciju analizējamajā šķīdumā pastāv lineāra sakarība. Ūdenī izšķīdušais skābeklis caur polimēru membrānu difundē indikatorelektrodā. Membrānu caurlaidība skābeklim ir lielāka nekā citām gāzēm un joniem, kuru reducēšanās potenciāls ir tuvs skābekļa reducēšanās potenciālam, kā arī šo vielu daudzums dabas un notekūdeņos ir ievērojami mazāks nekā skābekļa saturs. Tādēļ var uzskatīt, ka šo vielu ietekme uz noteikšanu ir nenozīmīga. Bez tam membrāna pasargā elektroda virsmu un elektrolītu no piesārņošanās un no iespējamām blakus ķīmiskām un elektroķīmiskām reakcijām [9].

1.3. Ķīmiskais skābekļa patēriņš

Vides ķīmijā ķīmiskā skābekļa patēriņa (ĶSP) noteikšanu parasti izmanto, lai netieši mērītu organisko savienojumu daudzumu ūdenī. Visvairāk organisko piesārņotāju ir atrasts virszemes ūdeņos (piemēram, ezeros un upēs), līdz ar to ĶSP noteikšana noder ūdens kvalitātes novērtēšanai. To izsaka miligramos uz litru (mg/L) [10]. Tomēr ĶSP ir atkarīgs no ūdeņu izcelsmes, piesārņotības veida un pakāpes. Piemēram, tīra gruntsūdens un avota ūdens ĶSP vērtība ir 3-8 mg/L, tīriem virszemes ūdenskrātuvju ūdeņiem tas ir 8-12 mg/L.

Nosakot reducējošo vielu daudzumu analizējamajā ūdens paraugā, izmanto divas metodes, kurās lieto dažādus reaģentus – kālija permanganātu un kālija dihromātu. Ne viens, ne otrs reaģents nedod pilnīgu vielas oksidēšanu. Permanganāta metode ir jutīgāka un ātrāka, un to lieto ūdeņiem ar zemu organisko vielu saturu. Kā reaģentu izmantojot permanganātu, šķīdumu paskābina ar sērskābi un tad standartizē ar skābeņskābi:



Šī reakcija ir autokatalītiska – mangāna(II) joni tajā darbojas kā katalizatori, tādēļ titrēšanas sākumā permanganāciju krāsojums izzūd lēni. Par analītisko signālu izmanto 30 sekunžu laikā neizzūdošu permanganāciju krāsu [2].

Vēl ĶSP noteikšanai var izmantot pusautomātisku fotometrisku noteikšanu. Metode lietojama robežās no 3-900 mg/L O₂. Paraugus, standartus un tukšo paraugu kopā ar sērskābi un kālija dihromātu ievieto aizskrūvējamās tūbiņās, silda mufelkrāsnī sudraba sulfāta (kā katalizatora) klātbūtnē 150°C temperatūrā. Pēc 2 stundu karsēšanas tūbiņas atdzesē un spektrofotometriski mēra absorbciju pie $\lambda = 600$ nm. Kalibrēšanas grafikam standartšķīdumus pagatavo no kālija hidrogēntalāta (mg/mL). Noteikšanas priekšrocība ir tāda, ka ir nepieciešami mazāki analizējamā ūdens parauga tilpumi. Hlorīdjoni traucē noteikšanu, tādēļ pirms paraugu sagatavošanas analīzei jāpievieno dzīvsudraba(I) sulfāts, lai Cl⁻ ar to veidotu komplekso savienojumu [11].

TiO₂ tiek plaši izmantots kā fotokatalizators, jo tas nav kodīgs, toksisks un tas spēj oksidēt lielāko daļu organisko piesārņotāju [12]. Ir izstrādāta jauna metode ĶSP noteikšanai, kura ir balstīta uz fotokatalītisku oksidatīvu degradāciju izmantojot fluorinētas TiO₂ - KMnO₄ sistēmas. Šādā sistēmā pastāv lineāra korelācija starp oksidējamo izšķīdušo organisko saturu un MnO₄⁻ daudzumu, kas tiek patērēts reducēšanās procesā. TiO₂ nanodaļiņu virsmas fluorēšana uzlabo organisko vielu fotokatalītisko oksidējamību, tādēļ metode ir ātra, videi draudzīga un viegli izmantojama. Optimizējot apstākļus, metode var būt lineāra arī kālija hidrogēntalāta ĶSP amplitūdā no 0,1 līdz 280 mg/L ar noteikšanas robežu 0,02 mg/L ĶSP. TiO₂ virsmu apstarojot ar UV gaismu tiek ģenerēti dažādi skābekli saturoši radikāļi. Ja šķīdumā ir KMnO₄, tas „aizvāc” fotoelektronus (e⁻) un tiek reducēts kā fotoģenerēto elektronu akceptors. Organisko vielu oksidēšana un elektronu akceptora (MnO₄⁻) reducēšana notiek vienlaicīgi. Pārveidojot titāna(IV) oksīda virsmu ievērojami palielinās hidroksilradikāļu ģenerēšanās ātrums. Titāna(IV) oksīda virsmu var fluorēt vienkāršas ligandu apmaiņas reakcijā starp fluorīda anjoniem un uz TiO₂ virsmas esošajām hidroksilgrupām. ĶSP vērtība ir proporcionāla MnO₄⁻ koncentrācijas samazinājumam, kas rodas kālija permanganāta fotokatalītiskās reducēšanās dēļ [13]. Kā fotokatalizatoru izmantojot TiO₂ ir izstrādāta arī fluorescences metode ĶSP noteikšanai. Titāna(IV) oksīda daudzums, sākotnējais šķīduma pH, elektronu akceptora Ce⁴⁺ koncentrācijas, ar UV gaismu apstarotais ilgums un šķīduma temperatūra ietekmē organisko piesārņotāju degradāciju. Optimālie apstākļi ir tad, ja TiO₂ koncentrācija ir 1 g/L, pH ir 0,38, Ce⁴⁺ koncentrācija ir 6 mmol/L, apstarošanas laiks ir 10 minūtes un temperatūra ir 80°C. Ce³⁺ daudzums, kas radies reakcijā, tiek noteikts fluorimetriski, pie ierosinātā stāvokļa un emisijas viļņu garumiem attiecīgi 264,8 un 362 nm.

Fluorescences intensitāte ir lineāra KSP koncentrācijām no 0 līdz 100 mg/L, noteikšanas robeža ir 0,9 mg/L. Šī metode dod daudzsolīgus rezultātus un to var izmantot KSP noteikšanai notekūdeņos. Salīdzinājumā ar dihromāta metodi, šie mērījumi palīdz ietaupīt daudz laika un noteikšanu var veikt dažās minūtēs. Šādai noteikšanai ir pieņemama precizitāte un relatīvi augsta jutība. Katalizatora atjaunošanu ievērojami apgrūtina pulvera nanodaļiņu izmērs [14].

KSP noteikšanai var izmantot arī hemiluminiscences metodi. Zemu izmaksu hemiluminiscentu detektoru ar fotodiodei lieto ūdens kvalitātes novērtēšanai. Metode balstīta uz luminola- $\text{H}_2\text{O}_2\text{-Cr}^{3+}$ sistēmas hemiluminiscentu reakciju, kuras rezultātā gaisma tiek izstarota, detektēta ar fotodiodes palīdzību un tās intensitāte ir proporcionāla KSP . Iegūtie rezultāti ir diezgan labi salīdzinājumā ar standarta attitrēšanas metodi [15].

1.4. Ūdens cietība

Cietība ir saistīta ar daudzvalentū metāla jonu klātbūtni, kuri rodas no ūdenī izšķīdušiem minerāliem. Saldūdenī galvenie cietības avoti ir kalcija un magnija joni, taču dzelzs un mangāna joni arī var dot savu ieguldījumu. Vislielākā ietekme cietībai ir uz zivīm un citiem ūdens iemītniekiem, galvenokārt tādēļ ka, jo cietāks ūdens, jo mazāk toksiski ir citi metālu joni. Cietā ūdenī dažu metālu joni veido nešķīstošas nogulsnes, tādēļ dzīvie organismi tos nevar uzņemt. Liela ūdens cietība ir nevēlama galvenokārt ekonomisku un estētisku apsvērumu dēļ [16]. Kopējo ūdens cietību izsaka kā magnija un kalcija jonu daudzumu milimolos vienā litrā ūdens (mmol/L). Vienam milimolam atbilst 24,32 mg magnija joni un 40,08 mg kalcija joni. Izšķir karbonātu un nekarbonātu cietību. Kopējā cietība ir abu šo cietību summa, kuru nosaka kompleksonometriski.

Metodes pamatā ir kalcija un magnija jonu īpašība ar kompleksonu III veidot stabilus, ūdenī labi šķīstošus iekšēji kompleksos savienojumus. Par indikatoriem lieto organiskās krāsvielas (piemēram, mureksīdu, eriohrommelno T), kas ar titrējamo jonu veido citas krāsas iekšēji kompleksos savienojumus.

Gan indikatoriem, gan arī to kompleksiem ar metālu joniem ir intensīva krāsa, tādēļ tos var lietot mazā koncentrācijā. Kompleksonometriski ūdens cietību nosaka, titrējot ar kompleksonu III amonija buferšķīduma klātbūtnē, tā nodrošinot $\text{pH} = 10$. Titrējot kalcija un magnija jonus, par indikatoru lieto eriohrommelno (HEr^{2+}), kas ar magnija joniem veido sarkanu komplekso savienojumu. Titrēšanas gaitā ar kompleksonu III vispirms reaģē kalcija joni, kas veido stabilāku kompleksonātu nekā magnija joni, tad reaģē ūdenī esošie magnija

Kā alternatīvu zināmajai titrēšanai ar EDTA var izmantot metodi, kurā lieto divus dažādi pārklātus pjezoelektriskus kvarca kristālus. Polivinilhloīda membrānas, iekļaujot plastifikatoru un Mg vai Ca jonoforu, izmanto, lai pārklātu pjezoelektriskos kvarca kristālus. Ar šo metodi ir iespējams noteikt atsevišķi Ca^{2+} un Mg^{2+} koncentrācijas, kā arī ir iespējams ietaupīt reaģentus, paraugu un laiku. Akustisko viļņu sensori ir laba alternatīva jonselektīvajiem elektrodiem, jo tos var lietot bez salīdzināšanas elektroda. Frekvences izmaiņas ir proporcionālas parauga metāla jonu koncentrācijai un tās neuzrāda logaritmisku atkarību kā potenciometriskie sensori. Analīzes norises procesā pār pārklātajiem kristāliem plūst konstanta Milli-Q¹ ūdens plūsma, šūnas saturam pievieno dažādu koncentrāciju magniju vai kalciju saturošus šķīdumus un reģistrē frekvences maiņas (pirms un pēc standartšķīdumu pievienošanas). Pirms ūdens parauga analizēšanas šūna jāapstrādā ar slāpekļskābi, vispirms jāskalo ar destilētu ūdeni un tad ar Milli-Q ūdeni. Pēc tam analizējamajam ūdens paraugam mēra frekvenci un rezultātus nolasa no iepriekš iegūtā kalibrēšanas grafika [19].

Ūdens cietību var noteikt arī spektrofotometriski titrējot ar EDTA šķīdumu kā helatējošu indikatoru izmantojot kalmagītu. Pirms titrēšanas pievieno $\text{NH}_4\text{OH}/\text{NH}_4\text{Cl}$ buferšķīdumu un indikatoru, titrē līdz šķīdums krāsojas zilā krāsā. Ir iespējams izmantot arī eriohrommelno T, bet kalmagīta priekšrocība ir tā krāsas maiņa un stabilitāte ūdens šķīdumos. Titrēšanu veic 1 cm kivetē, paraugu maisot un pievienojot EDTA šķīdumu, ar spektrofotometru reģistrē absorbcijas rādījumus pie $\lambda = 635 \text{ nm}$. Titrēšanas beigās absorbcija pieaug līdz maksimālajai vērtībai. Šīs metodes rezultāti lieliski sakrīt ar tradicionālajā titrēšanā (ar EDTA) iegūtajiem rezultātiem [20].

1.5. Hlorīdjonu noteikšanas metodes

Gandrīz visi dabas ūdeņi satur halogēnīdjonus, kuru vidū dominē hlorīdioni. Jūru un okeānu ūdeņos hlorīdjonu vidējā koncentrācija ir 19 g/kg. Šo jonu saturu nosaka

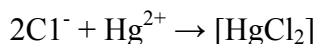
- a) virs jūrām un okeāniem veidojušos jūras sāļu aerosolu izkrišana;
- b) nātrija hlorīda šķīšanas procesi;
- c) antropogēnais piesārņojums.

Straujas hlorīdjonu satura izmaiņas var liecināt par ūdenstilpnes piesārņojumu. Tiek vērtēts, ka apmēram 30% no virszemes ūdeņos esošajiem hlorīdioniem rodas no vides piesārņojuma. Hlorīdioni vidē ir ļoti kustīgi un to klātbūtne ir būtiski svarīga ūdens izmantošanai, it īpaši pārtikā. Atkarībā no pārējo sāļu satura, ja hlorīdjonu koncentrācija ir

¹ Ūdens, kas ir attīrīts un dejonizēts izmantojot Millipore Corporation attīrīšanas sistēmas [18].

virš 100 mg/L, var sajūst sāļu garšu, bet, ja Cl⁻ saturs pārsniedz 400 mg/L, ūdens pārtikā nav izmantojams.

Merkurimetrija. Titrimetrijas metode, kurā par titrantu izmanto kompleksveidotāju dzīvsudraba(II) jonus, parasti Hg(NO₃)₂ veidā. Merkurimetriski nosaka halogenīdjonus un pseidohalogenīdjonus, galvenokārt tieši hlorīdjonus:

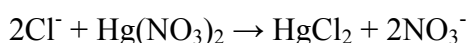


Saskaņā ar koordinācijas skaitli, dzīvsudraba(II) joni spēj piesaistīt četrus hlorīdjonus, tomēr kompleksu [HgCl₃]⁻ un [HgCl₄]²⁻ rašanās pakāpeniskās konstantes ir mazas, tādēļ šie kompleksi ir samērā nestabili un atšķaidītos šķīdumos praktiski neveidojas. Pagatavoto titrantu standartizē tādos apstākļos, kādos izdara titrēšanu. Standartšķīdumus gatavo no NaCl vai KCl, jo dzīvsudraba(II) nitrāts neatbilst standartvielu prasībām. Stehiometriskā punkta identificēšanai kā indikatoru var izmantot nātrija nitroprusīdu, kas dzīvsudraba jonu pārākumā veido baltas mazšķīstošas dzīvsudraba nitroprusīda nogulsnes (titrē 0,05-0,5 molāras slāpekļskābes vidē).

Tomēr vājā duļķojuma parādīšanos ir samērā grūti konstatēt, tādēļ tagad biežāk par indikatoru lieto difenilkarbazīdu vai difenilkarbazonu, kuri ar Hg(II) joniem veido stabilu zilganvioletu šķīstošu kompleksu.

Vispareizākos rezultātus iegūst, ja pH 3,0-3,5. Tāpēc parasti titrē slāpekļskābā vidē šādā pH intervālā. Stehiometriskajā punktā šķīduma krāsas maiņu novēro, lietojot jauktu indikatoru - difenilkarbazonu maisījumā ar bromfenolzilo. Uz bromfenolzilā zaļgandzeltenās krāsas fona labāk redzama kompleksa zili violetās krāsas parādīšanās. Metodes priekšrocība ir tā, ka tā noder pat visai mazu hlorīdu daudzumu noteikšanai, piemēram, dzeramajā ūdenī. Turpretim metodes trūkums ir indīgais dzīvsudrabs un tā mazdisocētie savienojumi. Titrētos šķīdumus nedrīkst liet izlietnē, jo tā tiek piesārņoti notekūdeņi. Turklāt no šiem sāļiem kanalizācijas caurulēs izdalās un uzkrājas dzīvsudrabs, kas, kanalizācijas sistēmu remontējot, nokļūst telpās, saindējot tās ar dzīvsudraba tvaikiem. Šo apsvērumu dēļ notitrētie šķīdumi ir jāsavāc un no tiem jāreģenerē dzīvsudrabs.

Titruējot hlorīdjonus skābā vidē ar dzīvsudraba(II) nitrātu difenilkarbazona klātbūtnē, rodas dzīvsudraba hlorīds:

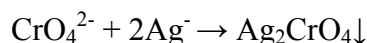


Titrušanas beigās pārākumā esošie Hg(II) joni ar difenilkarbazonu veido violeti krāsotu komplekso savienojumu. Stehiometriskajā punktā novērojama izteikta krāsu pāreja. Metodes precizitāte ir 0,5 mg/L.

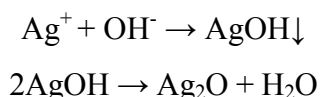
Fajansa metode. Ar sudraba nitrātu titrē t.s. adsorbcijas indikatoru (dihlorfluoresceīna, tetrabromfluoresceīna jeb eozīna) klātienē, tie stehiometriskajā punktā adsorbējas uz nogulsnēm,

no krāsojot tās raksturīgā krāsā. Titrēšanu parasti veic neitrālā vai vāji skābā vidē. Sudraba halogenīds, kas rodas titrēšanas laikā, nenogulsnējas pilnīgi, bet daļēji paliek koloīdā stāvoklī. Nogulsnes un koloīdās daļiņas adsorbē galvenokārt tos šķīdumā esošos jonus, kuri ietilpst cietās fāzes sastāvā (halogenīdjonus), un iegūst negatīvu lādiņu. Tā kā titrēšanas gaitā halogenīdjonu koncentrācija šķīdumā pakāpeniski samazinās, adsorbēto jonu daudzums un koloīdo daļiņu lādiņš arī samazinās. Īsi pirms stehiometriskā punkta (kad notitrēti apmēram 99%) koloīdās daļiņas koagulē. Nelielā pārkumā pieliktie sudraba joni arī adsorbējas uz izkritušajām nogulsnēm, kuras tagad iegūst pozitīvu lādiņu. Uz šādām nogulsnēm adsorbējas indikatora negatīvie joni, kas deformējas un maina krāsu [2].

Mora metode. Analizējamajam šķīdumam, kas satur hlorīdjonus, pievieno sudraba nitrāta šķīdumu. Veidojas baltas sudraba hlorīda nogulsnes. Titrēšanas beigu punkta noteikšanai kā indikatoru izmanto hromātjonus, kuri ar sudraba joniem veido sarkanbrūnas sudraba hromāta nogulsnes. Salīdzinot ar sudraba hlorīdu, sudraba hromāts labāk šķīst ūdenī, tāpēc titrējot šķīdumu, kurš satur hlorīd- un hromāt- jonus, reakcijā ar sudraba nitrātu sākumā izkrīt sudraba hlorīda nogulsnes, un tikai pēc tam, kad šķīdumā praktiski vairs nav hlorīdjonu, sāk izkrist sudraba hromāta nogulsnes. Titrēšanas beigu punktu nosaka vizuāli, kad no viena piliena sudraba nitrāta šķīduma pārkuma (kad jau visi hlorīdjonu attitrēti) uz balto sudraba hlorīda nogulšņu fona parādās sarkanbrūnas sudraba hromāta nogulsnes:

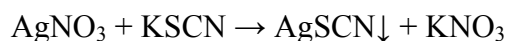


Optimālā hromātjonu koncentrācija analizējamajā šķīdumā titrēšanas laikā ir aptuveni $5 \cdot 10^3$ mol/L. Ja hromātjonu koncentrācija ir lielāka, tad apgrūtināta titrēšanas beigu punkta noteikšana. Dzeltenais analizējamā šķīduma krāsojums ir pārāk intensīvs, bet sudraba hromāta nogulšņu veidošanās sākas tikai tad, kad pievienots jau pārāk liels sudraba jonu pārkums (kad šķīdums jau stipri pārtitrēts). Titrēšanu veic pH intervālā no 7 līdz 10. Skābā vidē līdzsvars sistēmā hromātjoni-dihromātjoni nobīdās hromātjonu protonēšanās virzienā. Sudraba dihromāts šķīst ūdenī skābā vidē, tāpēc noteikt titrēšanas beigu punktu nav iespējams. Stipri sārmainā vidē veidojas brūnas sudraba oksīda nogulsnes:



Kā titrantu izmanto 0,1 mol/L sudraba nitrāta standartšķīdumu. Vēlams, lai hlorīdjonu koncentrācija analizējamajā šķīdumā arī būtu apmēram 0,1 mol/L. Lietojot decimolārus šķīdumus un titrēšanu beidzot stehiometriskajā punktā, kļūda var būt mazāka par $\pm 0,1\%$. Izmantojot vairāk atšķaidītus šķīdumus, samazinās lēciena lielums titrēšanas līknē, palielinās indikatora krāsas maiņas intervāls un līdz ar to pieaug kļūda.

Folharda metode. Nosakāmo sastāvdaļu nogulsnē ar standartizētu sudraba nitrāta šķīdumu, kuru pieliek pārākumā un pēc tam to attitrē ar rodanīda šķīdumu. Attitrēšanas reakcijā kā indikatoru izmanto dzelzs(III) jonus. No trim minētajām argentometrijas metodēm visselektīvākā ir tieši Folharda metode, jo titrēšanu var izdarīt stipri skābā slāpekļskābā vidē, kādā vismazāk traucē citi šķīdumā esošie joni. Sudraba nitrātu un kālija rodanīdu, ja tie ir ķīmiski tīri, var izmantot par standartvielām. Parasti tomēr sudraba nitrāta šķīdumus gatavo ar aptuvenu koncentrāciju, kuru pēc tam precizē ar citām standartvielām - NaCl, KCl, KBr. Rodanīda šķīduma koncentrāciju bieži vien nosaka, titrējot ar sudraba nitrāta šķīdumu:



Gravimetrija. Halogenīdus (Cl^- , Br^- , I^-) var nogulsnēt sudraba halogenīdu (AgCl , AgBr , AgI) veidā, Analizējamajam šķīdumam 100 mL lielā tilpumā jā satur aptuveni 0,1 gramu halogenīdjonu. Šķīdumam pielej 1 mL 6 mol/L slāpekļskābes šķīduma un, lēni maisot, pievieno 0,1 mol/L sudraba nitrāta šķīdumu, līdz beidzas nogulšņu veidošanās. Pēc tam pārākumā pievieno vēl 5 - 10 mL AgNO_3 šķīduma. Maisījumu karsē gandrīz līdz viršanai, maisa aptuveni 1-2 minūtes, pārbauda hlorīdjonu pilnīgu izgulsnēšanu. Atstāj tumšā vietā uz divām stundām. Pēc tam filtrē caur stikla filtra un nogulsnes mazgā vispirms divas līdz trīs reizes ar 0,01 mol/L slāpekļskābes šķīdumu, pēc tam ar ūdeni. Žāvē 110-120 °C temperatūrā. [2; 21]

Fotometriska noteikšana. Cl^- jonu noteikšanu veic, mērot hloroferāta (III) krāsas intensitāti. Savstarpējā hlorīdjonu un Fe(III) reakcijā parādās dzeltens krāsojums, kas var būt vai nu kompleksais katjons FeCl^{2+} vai arī kompleksais anjons $[\text{FeCl}_6]^{3-}$. Maksimālā hloroferāta absorbcija ir ultravioletajā apgabalā. Šķīduma absorbciju mēra, ja viļņu garums ir intervālā 350-366 nm. Fe(III) jonus šķīdumā ievada dzelzs perhlorāta veidā (70% HClO_4).

Metodes jutība ir neliela, hlorīdjonu identificēšanas robeža ir 5 mg/L. Liels metodes trūkums ir arī mazā selektivitāte. Noteikšanu traucē visi anjoni, kuri ar Fe(III) joniem veido krāsainus kompleksus, un katjoni, kuri saistās ar hlorīdjoniem. Savukārt neliels SO_4^{2-} , PO_4^{3-} , F^- , Br^- un I^- jonu daudzums noteikšanu netraucē [2].

Zinātnieki Hogs un Zhou kopīgi izstrādājuši automātisku analītisku tehniku, kurā par reaģentiem izmanto Hg(SCN)_2 un $\text{Fe(NO}_3)_3$. Pilnīgi automatizētā aparātā, kurā nodrošina nepārtrauktu reaģentu plūsmu, injicē 20 μL analizējamo ūdens paraugu. Tas saplūst ar reaģentu plūsmu, kuras sastāvā ir Hg(SCN)_2 un dzelzs(III) nitrāta polioksietilēnglikola dodecilēteris metanola šķīdumā. Kad analizējamais paraugs iziet cauri reaktoram, mēra parauga absorbciju pie $\lambda = 480 \text{ nm}$ [22].

Luminiscence. Metode balstās uz AgCl spēju dzēst dažu indikatoru (fluoresceīna, eozīna, rodamīna S) fluorescenci. Jutību var paaugstināt, izmantojot nātrija fluoresceīnātu.

Metode paredzēta Cl⁻ jonu mikro daudzumu noteikšanai ūdens šķīdumos. Ja hlorīdjonu saturs šķīdumā ir no 50 līdz 10 μg/L, kļūda sastāda aptuveni 5%, bet, ja hlorīdjonu masas koncentrācija ir 10⁻² μg/L, kļūda ir 10 - 15%. Organisku savienojumu piemaisījumiem jābūt stabiliem vai arī ļoti nelielā daudzumā.

Ultravioletajā apgaismojumā Cl⁻ joni mijiedarbojas ar 2-(5-nitro-2-turil)-benzotiazolu 60% H₂SO₄ vidē, veidojot 2-(5-hlor-2-furil)-benzotiazolu, kas dod intensīvi violetu fluorescenci. Mērījumus veic, ja viļņu garums ir $\lambda = 375$ nm (notiek ierosināšana) un $\lambda = 422$ nm (notiek izstarošana). Hlorīdjonu saturu atrod pēc kalibrēšanas grafika, kas uzņemts koncentrāciju intervālā 0,1 - 10 μg/mL. Ja hlorīdjonu koncentrācija šķīdumā ir 0,5 - 5 μg/mL, noteikšanu netraucē 10 - 100 reizes lielāks Zn²⁺, Co²⁺, Mg²⁺, Na⁺, K⁺, NO₃⁻, IO₃⁻, H₂PO₄⁻, B₄O₇²⁻ un I⁻ jonu daudzums.

Hromatogrāfija. Hlorīdjonu noteikšanai izmantojama kā papīra, tā arī gāzu vai gāzu-šķidrums hromatogrāfija. Papīra hromatogrāfijā izmanto filtrpapīru, piesūcinātu ar Ag₂CrO₄ šķīdumu vai želatīna plāksnīti, kas satur disperģētu koloīdu Ag₂Cr₂O₇. Reāģenta sloksne saskaras ar pētāmo šķīdumu, hlorīdjonu difundē un nogulsnējas AgCl veidā, nogulsnēšanās vietā notiek atkrāsošanās. Bezkrāsainās zonas laukums ir proporcionāls hlorīdjonu koncentrācijai. Metode ļauj noteikt 0,2-0,8 μg Cl⁻ jonu 0,1 mL šķīduma ar kļūdu ≤15%.

Izmantojot gāzu un gāzu-šķidrums hromatogrāfiju, hlorīdjonus vispirms pārvērš par HCl, analizējamo šķīdumu apstrādājot ar 80% H₂SO₄ šķīdumu. Reakcijas gāzveida produktus nosaka ar gāzu vai gāzu-šķidrums hromatogrāfiju, lietojot liesmas jonizācijas detektoru.

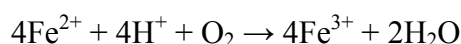
Potenciometriskā titrēšana. Šajā metodē mēra potenciāla atkarību no pievienotā titranta tilpuma. Šīs metodes trūkums, salīdzinot ar tiešo potenciometriju, ir lielāks laika patēriņš. Taču šādai titrēšanai ir arī zināmas priekšrocības. Potenciāla mērinstruments signalizē par titrēšanas beigu punktu, līdz ar to tas darbojas tieši tāpat kā ķīmiskie indikatori. Nav svarīgi arī precīzi zināt salīdzināšanas elektroda potenciālu. Vēl viena priekšrocība ir tā, ka rezultātā iegūst analizējamās vielas koncentrāciju, lai gan elektrods reaģē uz jonu aktivitāti. Šī iemesla dēļ titrēšanas procesā nav nozīmes jonu spēkam.

Titrēšanas beigu punkta noteikšanai izmantojamas vairākas metodes. Par stehiometrisku punktu pieņem to titrēšanas līknes lēciena punktu, kur novērojams pārliekums. Var aprēķināt arī potenciāla izmaiņas uz vienu pieliktā titranta vienību ($\Delta E/\Delta V$), respektīvi, tiek iegūts titrēšanas līknes pirmais atvasinājums. Tāpat stehiometriskā punkta noteikšanai var izmantot arī titrēšanas līknes otro atvasinājumu. Visas noteikšanas metodes balstās uz pieņēmumu, ka logaritmiskā titrēšanas līkne abpus stehiometriskajam punktam ir simetriska un taisnes pārliekuma punkts atbilst stehiometriskajam punktam. Veicot hlorīdjonu potenciometrisku titrēšanu, izmanto 0,1 mol/L sudraba nitrāta šķīdumu [2].

Rezonanses gaismas izkliedes metode. Hlorīdjoni savienojas ar sudraba joniem veidojot AgCl agregātus, kuri spēcīgi izkliedē gaismu. Šķīduma pH tikpat kā neietekmē gaismas izkliedi. Rezonanses gaismas izkliede intensitātes maksimumā pie $\lambda = 571$ nm ir lineāra hlorīdjonu koncentrāciju intervālā no 1,42 līdz 8,52 ng/mL ar noteikšanas robežu 0,71 ng/mL. Jūtība un selektivitāte ir pietiekami augstas, lai noteiktu hlorīdjonus zīmju līmenī bez nozīmīgas traucējošo jonu ietekmes. Analīzei nepieciešamos paraugus atšķaida ar bidestilētu ūdeni un sterilizē ar filtrācijas palīdzību (0,2 μ m). Parauga alikvotu daļu pievieno sudraba nitrāta darba šķīdumam un atšķaida ar destilētu ūdeni, ļauj nostāties 5 minūtes un tad skenē ar spektrofotometru viļņu garuma intervālā no 250 līdz 750 nm. Iegūto rezonanses gaismas izkliedes spektru ieraksta, kad intensitāti mēra pie $\lambda = 571$ nm [23].

1.6. Dzelzs jonu noteikšanas metodes

Dzelzs ūdenī sastopams Fe(II) un Fe(III) jonu veidā. Tas var būt saistīts ar organiskām vielām vai arī veidot kompleksus savienojumus. Mikroaudzumos dzelzs atrodas gandrīz visos dabas ūdeņos. Skābos ūdeņos vairāk ir Fe(II) jonu (pH = 5,5). Nereti Fe(II) jonu oksidēšanās notiek dzelzs baktēriju klātienē. Mikroorganismi izmanto Fe(II) savienojumus par enerģijas avotu dzīvības procesu nodrošināšanai, vienlaikus ar gaisa skābekli Fe(II) oksidējot par Fe(III):



Fe(OH)₃ ļoti vāji šķīst ūdenī: ja pH = 4, tad izšķīst tikai 0,05 mg/L, bet ja pH lielāks - vēl mazāk. Tomēr Fe(OH)₃ viegli veido koloīdas daļiņas un tādējādi pāriet ūdenī. Fe(II) jonu parasti vairāk ir pazemes ūdeņos.

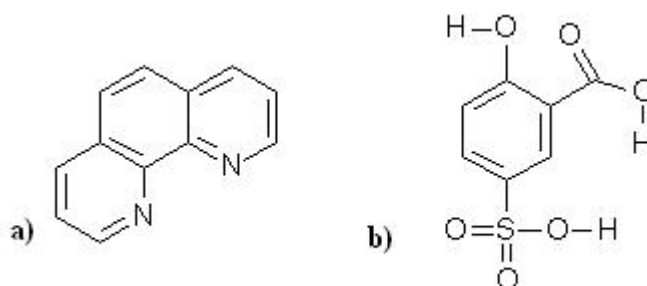
Spektrofotometriskā noteikšana. Dzelzs saturu analizējamajā paraugā var noteikt spektrofotometriski. Šai nolūkā izmanto reaģentus, kas ar dzelzs(II) joniem veido gaismu absorbējošus savienojumus, piemēram, dimetilglioksīmu ūdens vidē, dietilditiokarbamīdu hloroformā, 1- nitrozo-2-naftolu etilacetāta vidē. Vēl kā kompleksveidotāju var izmantot α , - α - dipiridila kompleksu, acetāta buferšķīdumā un absorbciju nolasa pie 510 nm [2]. KSCN ar dzelzs(III) joniem veido asinsarkanu kompleksu, kuru arī var izmantot spektrofotometriskai noteikšanai [21].

Viena no visplašāk lietotajām dzelzs(II) jonu noteikšanas metodēm ir ar 1,10-fenantrolīnu (*I.4. att.*, a variants). Kompleksam ir liels molārais absorbcijas koeficients, noteikšanu var veikt ūdens vidē, komplekss ir stabils plašā pH diapazonā. Metode pamatojas uz to, ka dzelzs(II) joni ar 1,10-fenantrolīnu veido ūdenī šķīstošu komplekso savienojumu-feroīnu, kas dod oranžas krāsas šķīdumu ar absorbcijas maksimumu pie $\lambda = 510$ nm un

molāro absorbcijas koeficientu $\varepsilon = 1,1 \cdot 10^4$. Dzelzs fenantrolināts ir stabils pH diapazonā no 2,5 līdz 9,0.

Ja jānosaka kopējais dzelzs saturs ūdeņos, tad ūdenī nešķīstošās dzelzs daļiņas šķīdina sāļsskābē un dzelzs(II) savienojumus reducē ar hidroksilamīnu par dzelzs(II) joniem.

Dzelzi var noteikt arī ar sulfosalicilskābi (1.4. att. b variants), kas ar dzelzs(III) joniem veido trīs krāsainus kompleksus, kas cits no cita atšķiras ar sastāvu.

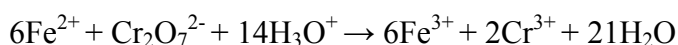


1.4. att. Reāģenti dzelzs jonu noteikšanai, a) – 1,10 – fenantrolīns; b) – sulfosalicilskābe

Ja pH ir 2 – 3, tad šķīdumā pastāv sarkanviolets komplekss ar attiecību dzelzs pret reāģentu 1:1, bet ja pH ir 4 – 7, tad šķīdumā pārsvarā ir oranžbrūns komplekss ar attiecību 1:2, savukārt amonjaka šķīdumā ar pH 8 – 10 stabils ir dzeltens komplekss ar komponentu attiecību 1:3. Metode ir samērā selektīva, taču jāņem vērā vairāki faktori.

- Noteikšanu traucē desmitkārtīgs vara, kobalta, hroma un cinka jonu pārkums.
- Niķeļa jonu koncentrācija nedrīkst pārsniegt 2 mg/L. Ja šī koncentrācija tiek pārsniegta, tad šķīduma pH jābūt diapazonā no 3,5 līdz 5,5.
- Šķīdums nedrīkst saturēt sudraba un bismuta jonus, jo tie veido attiecīgo jonu fenantrolināta nogulsnes.
- Kadmijs un dzīvsudrabs arī veido nogulsnes ar fenantrolīnu. Ja šie joni šķīdumā atrodas mazā koncentrācijā, fenantrolīnu pieliek pārkumā.
- Noteikšanu traucē cianīdi. To traucējošo ietekmi novērš, paskābinot šķīdumu, bet jāievēro, ka šis eksperiments jāveic velkmes skapī, jo veidojas kaitīgi tvaiki.
- Paskābināšanas rezultātā pirofosfāti un polifosfāti pārveidojas ortofosfātos, kas traucē dzelzs jonu noteikšanai, ja to koncentrācija 10 reizes pārsniedz šķīdumā esošās dzelzs koncentrāciju. Ja tomēr šī fosfātu koncentrācija ir lielāka, pievieno alumīnija nitrātu, lai aizvietotu dzelzi, kas ticis saistīts fosfātu kompleksajos savienojumos [2].

Dihromatometriskā tītrēšana. Dihromātjoni oksidē dzelzs(II) jonus gan sērskābos, gan arī sāļsskābos šķīdumos:

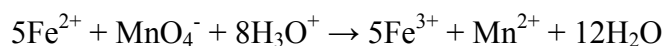


Dzelzs(III) jonu uzkrāšanās šķīdumā samazina reakcijas ātrumu. Bez tam, dzelzs(III) jonu krāsa traucē indikatoru lietošanu. Tādēļ analizējamajā šķīdumā pirms titrēšanas ievada fosforskābi. Skābā vidē dzelzs(III) joni pārvēršas par bezkrāsas kompleksajiem hidroģēnfosfātjoniem $[\text{Fe}(\text{HPO}_4)]^+$, taču arī dzelzs(II) joni veido kompleksus hidroģēnfosfātjonus $[\text{Fe}(\text{HPO}_4)]^+$. Kompleksveidošanās rezultātā dzelzs pārim reālais standartpotenciāls $E^{0,T}$ ir mazāks par standartpotenciālu E^0 :

Kā indikatoru šajā metodē lieto difenilamīnu. Dihromāti joni to vispirms neapgriezeniski oksidē par bezkrāsas difenilbenzidīnu. Pēc tam difenilbenzidīns var apgriezeniski oksidēties par difenilbenzidīnvioleto. Ievadot šķīdumā dihromātjonus pārākumā, tie sāk neapgriezeniski oksidēt dibenzidīnvioleto. Rodas sarkani vai dzelteni oksidēšanās produkti [2].

Ja dihromātu izmanto kā titrantu, tad dzelzs(II) jonus var titrēt arī potenciometriski, attiecīgi pēc titranta pievienošanas reģistrējot potenciāla izmaiņas. Uz reakcijas beigu punktu norāda šķīduma krāsas maiņa no zaļas uz dzeltenu. Izmanto platīna elektrodu un Ag/AgCl elektrodu kā salīdzināšanas elektrodu [24].

Permanganometriska dzelzs(II) jonu titrēšana. Permanganāti joni skābā šķīdumā oksidē dzelzs(II) jonus par dzelzs(III) joniem:



Šis summārais vienādojums parāda tikai reaģējošo vielu stehiometriskās attiecības. Sērskābā šķīdumā reakcija starp dzelzs(II) joniem un permanganāti joniem noris ātri un praktiski pilnīgi. Hlorīdjonu klātienē, t.i., sālsskābā šķīdumā dzelzs(II) jonu oksidēšanās inducē hlorīdjonu oksidēšanos un tas traucē dzelzs(II) jonu noteikšanu. Veicot dzelzs(II) noteikšanu sērskābā šķīdumā, skābes koncentrācijai ir jābūt pietiekoši lielai, jo tikai tad permanganāti joni kvantitatīvi reducējas līdz mangānam(II). Ja sērskābes koncentrācija ir mazāka par 1 mol/L, tad reducēšanās jau var notikt līdz mangāna dioksīdam. Līdz ar to mainās reaģējošo vielu stehiometriskās attiecības, traucē arī nogulšņu rašanās. Bez tam vāji skābā vidē pastiprinās dzelzs(III) jonu protolīze (hidroksokompleksu veidošanās). Tādēļ šādos apstākļos veikta titrēšana nedod pareizus rezultātus.

Stehiometriskā punkta noteikšanai parasti izmanto permanganātjonu krāsas parādīšanos titrējamajā šķīdumā. Šie joni pietiekoši intensīvi absorbē gaismu, tāpēc to radītais krāsojums ir manāms jau tad, kad to koncentrācija ir sasniegusi $2 \cdot 10^{-6}$ mol/L. Ja titranta koncentrācija nav mazāka par 0,01 mol/L, tad krāsojums rodas titrēšanas līknes lēciena robežās. Ja titranta koncentrācija ir mazāka, tad ir jālieto indikators, piemēram, feroīns.

Permanganātjonam raksturīgās krāsas konstatēšanu traucē titrēšanas gaitā radušies dzelzs(III) joni, jo tie un arī šo jonu protolīzes produkti (hidroksokompleksi) krāso šķīdumu

iedzeltenā vai brūngani iedzeltenā krāsā. Lai to novērstu, šķīdumā ievada fosforskābi. Rodas bezkrāsains komplekss $[\text{Fe}(\text{HPO}_4)]^+$ [25].

1.7. Sulfātjoni ūdeņos

Sulfātjoni ir otri izplatītākie anjoni aiz karbonātiem. Sulfāti var būt gan dabiskas izcelsmes, gan arī komunālās saimniecības vai rūpnieciskās ražošanas produktu emisijas rezultāts. Dabīgā ceļā tie rodas sadaloties lapām, kas iekritušas ūdenī un tālāk nonāk augsnē kopā ar citām minerālvielām vai no atmosfēras nokrišņiem. Atmosfērā sēra savienojumi nokļūst kā sēra dioksīds, kas rodas, oksidējoties fosilajā kurināmajā (akmeņoglēs, naftā, kūdrā) esošajiem sēra savienojumiem. SO_2 atmosfērā viegli oksidējas, veidojot sulfātus un sērskābi, tāpēc atmosfēras nokrišņu saturā sulfātjonu daudzums var pieaugt un pH pazeminās. Vienlaikus atmosfēras nokrišņu sastāvs var ievērojami izmainīties, šādi nokrišņi ietekmē ūdeņus un arī augsni. Sulfātjonu dabiskā izcelsme atmosfēras nokrišņos ir saistīta ar aerosolu veidošanos virs jūrām un okeāniem. Atmosfērā esošie aerosoli un putekļi var būtiski ietekmēt Zemes klimatu. To pierāda gan Zemes klimata ilgtermiņa izmaiņu analīze, gan vulkānu izvirdumu rezultātā atmosfērā nokļuvušo putekļu daudzuma pieauguma ietekme uz klimatu. Nokrišņus, kuru pH ir pazemināts, sauc par skābajiem lietiem. Dzīvajos organismos sēra saturs mainās no 0,05 līdz 5% no sausās masas. Heterotrofo baktēriju metabolisma rezultātā organiskajās vielās esošie sēra savienojumi pārvēršas par sulfīdiem vai H_2S . Bezskābekļa vidē sulfātjoni var tikt reducēti līdz sērūdeņradim. Šīs reakcijas veic sulfātreducējošās baktērijas, kas par enerģijas avotu izmanto ogļūdeņražus.

Sulfātjonu saturs dabas ūdeņos svārstās robežās no 10 līdz 100 mg/L. Parasti sulfātjonu koncentrācija ir mazāka par hlorīdjonu koncentrāciju. Pēc Latvijas standartiem virszemes ūdeņos sulfātjonu maksimāli pieļaujamā koncentrācija ir 100 mg/L, dzeramajā ūdenī - 250 mg/L sulfātjonu, bet notekūdeņos – 500 mg/L [2].

Turbidimetriska noteikšana. Sulfātjonu masas koncentrācijas noteikšanas metode pamatojas uz reakciju starp sulfātjoniem un bārija joniem sāļsskābā vidē, veidojot nešķīstošu savienojumu – BaSO_4 , sulfātjonu koncentrāciju rēķina pēc bārija sulfāta suspensijas koncentrācijas, ko nosaka izmērot gaismas plūsmu, kura izgājusi caur duļķaino vidi. Gaismas intensitātes pavājināšanās suspensijās pakļaujas tiem pašiem likumiem, kurus izmanto gaismas absorbcijas mērījumiem krāsainiem šķīdumiem. Suspensijas stabilizēšanai izmanto glicerīnu. Veicot analīzi nepieciešams ievērot vienādus apstākļus un laika režīmu, lai iegūtu suspensiju, kurai būtu vienādi daļiņu izmēri un stabilitāte laikā. Mērījumus veic pie $\lambda = 420$ nm [26].

Gravimetrija. Sulfātjonu izgulsnēšanai izmanto BaCl_2 . Izkritušās nogulsnes ļoti slikti šķīst ūdenī. Sulfātjonu izgulsnēšanai ir vēlams izmantot Ba(II) , nevis Ca(II) vai Pb(II) sāļus, jo kļūda nogulšņu šķīdības dēļ ir mazāka. Tāpēc bārija sulfāts ir gan nogulsnējamā, gan arī gravimetriskā forma pēc izkarsēšanas. Bārija sulfāta nogulšņu sastāvs atbilst formulai BaSO_4 , jo šīs nogulsnes ir termiski un ķīmiski stabilas. Kā trūkumu var minēt faktu, ka bārija sulfāts veido sīkkristāliskas nogulsnes, kuras grūti filtrēt, izmantojot pat visblīvāko filtru. Tāpēc nepieciešams radīt apstākļus, kuros veidotos pēc iespējas rupjāk kristāliskas nogulsnes. Lai to veiktu, nogulsnēšanas procesā nepieciešams palielināt bārija sulfāta šķīdību, bet nogulsnēšanas beigās to samazināt. Lai šķīdību palielinātu, šķīdumus silda un paskābina līdz $\text{pH} < 2$. Lēni pievienojot izgulsnētāju notiek jau izveidojušos kristālu augšana, nevis jaunu kristālu veidošanās. Lai nogulsnēšanas beigās samazinātu nogulšņu šķīšanu, nogulsnētāju pievieno pārākumā. Bārija sulfāts veido pārsātinātus šķīdumus, tāpēc pirms filtrēšanas nogulsnēm jāļauj nobriest - sīkie kristāliņi izšķīst, bet lielie piebriest. Pēc tam nogulsnes filtrē un žāvē žāvējamā skapī. Bārija sulfāta nogulsnes satur vairākus procentu okludētā ūdens, un, nogulsnes žāvējot, šis ūdens neizgaist. Lai atbrīvotos no okludētā ūdens un lai filtrs pilnīgi sadegtu, nogulsnes nepieciešams izkarsēt $800 - 900^\circ\text{C}$ temperatūrā [2].

Plūsmas injekcijas analīze. Tā ir noteikšana izmantojot elektroda atdalītus pjezoelektriskos kvarca kristālus (EAPKK). Metode balstās uz to, ka pievienojot analizējamajam paraugam reaģentu veidojas bārija sulfāta nogulsnes, kuru ietekmē pazeminās konduktivitāte un samazināšanos konstatē kā sensora EAPKK frekvences maiņu. Optimizētos apstākļos lineārais apgabals sulfātjonu noteikšanai ir $0,5 - 50 \text{ mg/L}$ ar noteikšanas robežu $0,3 \text{ mg/L}$. Citu šķīdumā esošo katjonu un anjonu traucējoša ietekme novērojama tikai tādos gadījumos, ja analizējamajam paraugam ir augsts sāļu saturs. Metode ir vienkārša, jutīga, ātra un reproducējama [27].

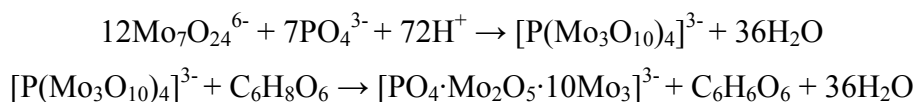
1.8. Fosfātjonu noteikšana

Fosfāti (H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-}) palielinātā daudzumā ūdeņos nokļūst galvenokārt cilvēka saimnieciskās darbības rezultātā. Fosfora savienojumu izcelsme apkārtējā vidē saistīta ar dažādu mazgāšanas līdzekļu, ķīmisko, farmaceitisko, krāsvielu, pārtikas, papīrrūpniecības un sērskociņu rūpniecības notekūdeņiem. Fosfororganiskie savienojumi sastopami lauksaimniecībā izmantojamo insekticīdu un herbicīdu preparātos. Tiem ir liela nozīme ūdenskrātuvju eitrofikācijas procesos. Ja fosfātu saturs lielāks par $0,5 \text{ mg/L}$ un ir arī pietiekams slāpekļa savienojumu daudzums, tad ūdenstilpnēs labvēlīgos apstākļos var sākties

intensīva aļģu un citu ūdensaugu vairošanās. Fosfātjonu koncentrācija 0,20 mg/L jau norāda uz notekūdeņu, minerālmēslojumu un citu piesārņojuma avotu ietekmi [28].

Fosfātus var izgulsnēt, izmantojot dažādus savienojumus – sudraba nitrātu, bārija hlorīdu, dzelzs(III) hlorīdu, bismuta nitrātu, svina acetātu, magnēzija mikstūru – un tad var svērt nogulsnes un aprēķināt fosfora daudzumu.

Ortofosfātjonu noteikšanas metodes pamatā ir ortofosfātjonu reakcija ar amonija molibdātu skābā vidē, kur veidojas heteropoliskābes – fosformolibdēna kompleksais savienojums dzeltenā krāsā. Šī reakcija istabas temperatūrā notiek lēni, bet sildīšana izraisa heteropoliskābes sadalīšanos, tāpēc kā katalizatoru izmanto kālija antimoniltartrātu, kura klātbūtnē palielinās reakcijas ātrums un veidojas fosforantimonimolibdēna kompleksais savienojums dzeltenā krāsā, kurš paaugstina metodes jutību. Jutības paaugstināšanai heteropoliskābi ar askorbīnskābes palīdzību reducē līdz sarežģīta sastāva kompleksam savienojumam, kurā molibdēna atomu oksidēšanās pakāpes ir gan +6, gan arī +5:



Šim savienojumam ir zila krāsa un tā šķīduma absorbcija ir proporcionāla ortofosfātjonu koncentrācijai analizējamā šķīdumā. Fosforantimonmolibdēnzilajam raksturīgi divi gaismas absorbcijas maksimumi- lielākais tuvajā infrasarkanajā spektra daļā pie viļņu garuma 880 nm un redzamajā spektra daļā pie viļņu garuma 700 nm. Pie viļņu garuma 880 nm metodes jutība krietni lielāka, bet, ja pieņemama mazāka metodes jutība, var veikt mērījumus arī pie viļņu garuma 700 nm. Metodes jutība - 0,01 mg/L. Noteikšanu traucē dzelzs, ja tās koncentrācija lielāka par 1 mg/L, kā arī silikāti, ja to koncentrācija lielāka par 25 mg/L. Nitrītu traucējošo ietekmi novērš, pievienojot sulfamīnskābi. Molibdēnfosforskābe vanādija klātbūtnē veido dzeltenu komplekso savienojumu – vanādija molibdēnfosforskābi. Reducētāja alvas hlorīda ietekmē molibdēnfosforskābe veido molibdēnzilo kompleksu. Šī metode ir jutīga - var noteikt fosfora saturu līdz 7 ng/L [2;26].

Noteikšana ar fosfātjonu biosensoru. Gan bioloģiskos, gan ūdens paraugos ir iespējams noteikt fosfātjonu daudzumu izmantojot elektroķīmiskus mērījumus ar divu elektrodu sistēmu, kā indikatorselektrods kobalta ftalocioanīna elektrods un Ag/AgCl salīdzināšanas elektrods. Elektrodi un potenciostats savienoti ar divu zelta spaiļu palīdzību. Šūnas sastāvu maisa ar konstantu ātrumu, kontrolē temperatūru (25°C) ar ūdens vannas palīdzību. Biosensoru pagatavo imobilizējot enzīmu piruvāta oksidāzi kobalta ftalocianīna elektroda virsmā. Lai uzņemtu grafiku lieto standartpiedevu metode – biosensoru ievieto reaģentu maisījumā un to polarizē attiecībā pret salīdzināšanas elektrodu, kad rādījumi stabilizējušies,

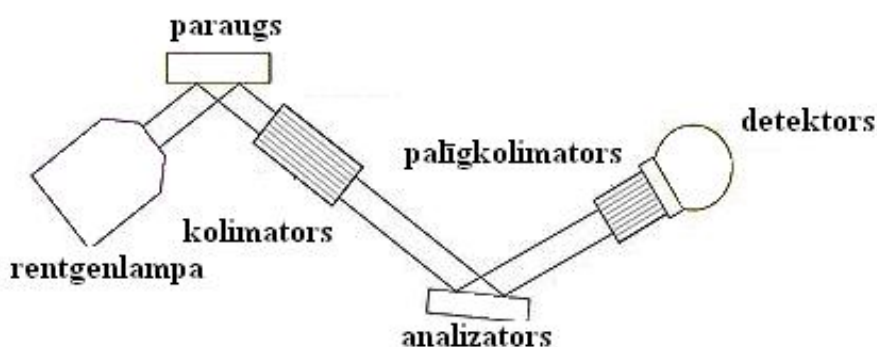
pievieno analizējamo paraugu elektroķīmiskajai šūnai, mēra anodstrāvas lielumu. Pēc tam pievieno noteiktu daudzumu fosfātu standartšķīdumu un mēra strāvas lielumu [29].

1.9. Rentgenmetodes ūdens sausā atlikuma analīzei

Izmantojot rentgenmetodes ir iespējams noteikt, kādi elementi ir atrodami analizējamajā paraugā, līdz ar to arī izvērtēt, kādas klasiskās analīzes metodes nepieciešamas, lai izvērtētu parauga ķīmisko sastāvu.

Rentgenfluorescence. Galvenokārt izmanto daudzu dažādu elementu kvalitatīvai un kvantitatīvai noteikšanai gan šķīdumiem, gan cietām vielām. Noteikšanas laikā viela netiek sagrauta. Nepieciešamā parauga masa var svārstīties no mikrogramiem līdz dažiem gramiem. Parauga sagatavošana atkarīga no vajadzīgās rezultātu precizitātes, vienkāršām analīzēm sagatavošana nav nepieciešama, minimālai pirmsapstrādei izmanto homogenizēšanu, paraugu saspiež tabletē, savukārt, maksimālai precizitātei paraugu žāvē vai kausē [30]. Piemēram, lai iegūtu informējošus rezultātus par ūdens paraugu, var analizēt šķīdru paraugu, savukārt, lai iegūtu precīzākus rezultātus, ūdens paraugu ietvaicē iegūto sauso atlikumu analizē kā cietu vielu jeb pulveri [2].

Rentgenfluorescence izmantojama tādu elementu identificēšanai, kuri ir vieglāki par Be, un daļēji der elementiem līdz Ca [31]. Paraugu apstaro ar rentgenstaru plūsmu, kas izsit elektronus no iekšējām orbitālēm. Sākotnējā plūsma sastāv no fotoniem, kam ir lielāka enerģija nekā īsviļņu sekundārajam rentgenstarojumam. Apstarojot paraugu, katrs smagais elements paraugā izstaro elektromagnētisko starojumu ar frekvenci, kādu tas būtu izstarojis, ja pats būtu kalpojis kā rentgenlampas anods. Parauga izstaroto starojumu analizē ar analizatoru un detektoru [32] (*skat. 1.5. att.*) [31].



1.5. att. Rentgenspektrometra shēma

Rentgendifraktometrija. Galvenokārt izmanto kristālu struktūras noteikšanai, fāzu identifikācijai, kvantitatīvajai fāzu analīzei, nezināmu vielu noteikšanai, kā arī kvalitātes kontrolei. Analīzei var izmantot kristāliskas vielas, piemēram, pulverus, monokristālus vai

šķiedras. Nepieciešamais daudzums analizējot pulverveida vielu dažī simti miligrami, bet analizējot monokristālu – nesadalīts kristāls 0,1 - 0,5 mm izmērā. Sagatavošana – monokristālu novieto uz šķiedras vai arī ievieto stikla kapilārā, bet pulverveida vielu saberž smalkā pulverī [30].

Metode balstās uz rentgenstarojuma izkliedi, apstarojot atomus ar rentgenstarojumu. Atomi izkliedē starojumu visos virzienos, tādēļ, pārvietojot detektoru apkārt paraugam, tiek noteikti virzieni, kuros ir intensīvākā starojuma izkliede – difrakcija. Rentgenstaru difrakcija veidojas jebkurā kristāliskajā vielā, kuras kristāliskajā režģī atomi ir sakārtoti regulāri un noteiktos attālumos. Katra kristāliskā viela dod specifisku rentgenogrammu ar raksturīgajiem starplakņu attālumiem. Vienas un tās pašas vielas dažādās modifikācijas dod dažādas rentgenogrammas un tās izmanto vielas modifikāciju noteikšanai, salīdzinot ar standartvielu rentgendifraktogrammām, kuras atrodas datu bāzēs. Monokristālu rentgendifraktometriju izmanto savienojumu struktūras precīzai noteikšanai, bet pulverveida rentgendifraktometriju – materiālzinātnēs un farmācijā kvalitātes kontrolei [22]. Atšķirībā no rentgenfluorescences, lai pielietotu šo metodi, pētāmais paraugs ir vispirms jāiegūst pulvera veidā, piemēram, jāietvaicē sausais atlikums no ūdens paraugu ietvaicē sausā atlikuma iegūšanai [2].

2. EKSPERIMENTĀLĀ DAĻA

2.1. Darbā izmantotā aparatūra

- Fotometrs КФК – 3;
- Motorbirete Titronic Basic 25 mL ± 0,05 mL;
- Mehāniskais titrators METROHM AG HERISAU;
- pH metrs Adrona AD 1405;
- Magnētiskais maisītājs BIOSAN MS 3000, ampula;
- Analītiskie svāri Precisa XB 220A, max 220g, d = 0,1mg;
- Tehniskie svāri BOECO max 310 g , d = 0,01 g;
- Rentgendifraktometrs *Bruker D8 ADVANCE*
- Rentgenspektrometrs BRUKER Tiger S8
- Birete 25 mL ± 0,05 mL;
- Elektriskā plītiņa Romix;
- Darbā izmantotie reaģenti atrodami pie metožu aprakstiem.

2.2. Ūdens paraugu raksturojums

Dzeramā ūdens kvalitātei Tukuma pilsētā sekots 6 mēnešu garumā sākot ar 2009.g. novembri un beidzot ar 2010.g. aprīli. Analīzēm ņem 3 dzeramā ūdens paraugus Tukuma pilsētā – vienu no privātmājas krāna, otru no netālu esošās akas, kas apgādā privātmāju ar dzeramo ūdeni un trešo no pilsētā esoša dzīvokļa salīdzināšanai. Rudenī un pavasarī ņem 4 paraugus, lai varētu izpētīt iespējamo apkārt esošo virszemes ūdeņu ietekmi un dzeramā ūdens kvalitāti. Visu ņemto ūdens paraugu ģeogrāfisko izvietojumu var apskatīt *2.1. attēlā*.

Dzeramā ūdens paraugi:

- 1) Ūdens paraugs tiek ņemts no privātmājas krāna. Māja ar ūdeni tiek apgādāta no netālu esošās akas. Ēka no akas atrodas 340 m attālumā, ieplakā.
- 2) Akas ūdens. Divu grodu aka 1,70 m dziļa, ko nevar uzskatīt par tipisku raktu aku. Tā pilda uzkrājējfunkciju. Aka atrodas pie Durbes estrādes, paugura pakājē un ūdens filtrējas caur zemes virsējiem slāņiem līdz nonāk akā, no kuras tālāk uz privātmājām. Ūdens no akas līdz konkrētajai privātmājai nonāk pa plastmasas caurulēm. Privātmājā nav uzstādīts filtrs ūdens atdzelžošanai.

- 3) Ūdens no pilsētā esoša dzīvokļa. Pilsētas ūdens apgādes sistēma atrodas Ozolu ielā. Dzeramo ūdeni iegūst no 7 ūdensapgādes urbumiem (viens ūdensapgādes urbums atrodas rezervē) un tālāk tiek padots uz četriem ūdens atdzelžošanas vaļējiem filtriem. [33]



2.1. att. Paraugu ņemšanas vietu ģeogrāfiskais izvietojums

Virszemes ūdeņu paraugi:

- 4) Savācējtipa aka, kurā uzkrājas caur zemes virsējiem slāņiem izfiltrējies ūdens un tālāk ieplūst dīķī Durbes pils priekšā. Šī aka nav pilnībā noslēgta, tādēļ tajā var iekļūt arī lietus ūdeņi.
- 5) Dīķis Durbes pils priekšā, kurā satek uzkrātais ūdens. Dīķis atrodas nedaudz zemāk par no akas iznākošo keramikas cauruli, no kuras tek ūdens.
- 6) Dīķis, kas atrodas aiz Durbes pils, paugura augšā un ir 100m garš un 60m plats.
- 7) Purvam līdzīgas ūdenstilpnes ūdens, kura atrodas vienā līmenī ar aiz Durbes pils esošo dīķi.

2.3. Vinklera metode ūdenī izšķīdušā skābekļa noteikšanai

Šķīdumu pagatavošana.

- 2 M MnSO₄ šķīdumu gatavo no 30,2001 g vielas to šķīdinot 100 mL mērkolbā ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. (R:20/21/22-36/37/38-40; S: 22-45-27-26-36/37/39)
- 70% KOH šķīdumu gatavo 70 g vielas šķīdinot 100 mL destilēta ūdens. (R:34-20/21/22-14; S:26-27-36/37/39)

- H₂SO₄ šķīdums (1:4), kuru gatavo 100 mL skābes lejot 400 mL ūdens. (R:49-23-34; S:45-36/37/39-23)
- 40% karbamīda šķīdumu gatavo 40 g vielas šķīdinot 100 mL destilēta ūdens.
- 15% KI šķīdumu pagatavo 75 g vielas šķīdinot 500 mL destilēta ūdens. (R:61-42/43-36/38; S:45-26-36/37/39)
- Na₂S₂O₃ (c ≈ 0,025 M), gatavo no fiksānāla to atšķaidot 500 mL mērkolbā ar destilētu ūdeni. (R:36/38; S:26-37/39)
- K₂Cr₂O₇ standartšķīdums (c = 0,01667 M), gatavo no fiksānāla to atšķaidot 1L mērkolbā ar destilētu ūdeni. (R:8-45-46-34; S:17-53-45-36/37/39)
- Cietes šķīdums

Nātrija tiosulfāta šķīduma standartizēšana. Koniskajā kolbā ielej 5,00 mL K₂Cr₂O₇ šķīduma (c = 0,01667 M), pielej 10 mL 15% KI šķīduma, 5 mL H₂SO₄ šķīduma (1:4). Pēc aptuveni 3 minūtēm pielej apmēram 40 mL destilēta ūdens un titrē ar Na₂S₂O₃ šķīdumu līdz dzeltenzaļai krāsai, tad pievieno 1 – 2 mL cietes šķīduma un titrē, kamēr izzūd zilais krāsojums un šķīdums paliek ieaļgans.

Darba gaita. Kolbai, kurā izdara noteikšanu, pārbauda tilpumu. Ar uzliktu korķi tukšu un sausu kolbu sver ar precizitāti ± 0,01 g, pēc tam kolbu piepilda ar destilētu ūdeni tā, lai ievietojot korķi, kolbā nebūtu gaisa burbulīši un nosver. No iegūtajiem datiem aprēķina kolbas tilpumu ar pareizību ± 0,1 mL. Pārbaudīto kolbu piepilda ar ūdens paraugu līdz augšai. Ar pipeti, kuru iegremdē līdz kolbas dibenam, pievieno 2 mL MnSO₄ šķīdumu, lēnām pipeti ceļot uz augšu un atlaižot ar pirkstu pipetes galu. Pēc tam ar citu pipeti pievieno 2 mL 70% KOH šķīduma, to ievadot no pipetes tikai zem šķīduma līmeņa. Kolbu aiztaisa tā, lai nepaliktu gaisa burbulis, un apmaisa vairākkārtīgi kolbu apgriežot. Aprēķinos ņem vērā, ka izlīst 4 mL analizējamā ūdens. Nogulsnēm ļauj nosēsties (apmēram 5 minūtes), kolbu attaisa un zem šķīduma līmeņa pievieno 10 mL H₂SO₄ šķīduma, 0,15 mL 40% karbamīda šķīduma un kolbas saturu samaisa. Šķīdumu no kolbas kvantitatīvi pārnes 500 mL koniskajā kolbā, pievieno 2 mL 15% KI šķīduma, iztur 5 minūtes un radušos jodu titrē ar iepriekš standartizēto nātrija tiosulfāta šķīdumu. Kā indikatoru lieto cietes šķīdumu.

Aprēķinu formulas:

$$c_{Na_2S_2O_3} = \frac{z_{Na_2S_2O_3} \cdot c_{Na_2S_2O_3} \cdot V_{K_2Cr_2O_7}}{z_{K_2Cr_2O_7} \cdot V_{Na_2S_2O_3}} \quad [mol/L]$$

$$m_{O_2} = \frac{c_{S_2O_3^{2-}} \cdot V_{S_2O_3^{2-}}}{V_1 - V_2} \cdot \frac{M_{O_2}}{4} \cdot 1000 \quad [mg/L]$$

Kur: V₂ – 4 mL, kas tiek pielikti ar reaģentiem;

V_1 – aprēķina ņemot vērā temperatūras korekciju:

$$V_1 = \frac{m_{kolbai} \cdot 1000}{m_{ar\ temp.\ korekciju}} = \frac{211,05 \cdot 1000}{996,80} = 211,73 \text{ mL}$$

2.1. tabula

Titrešanas rezultāti skābekļa noteikšanai ar Vinklera metodi

Mēnesis	Parauga nr.	1.	2.	3.	4.*	5.*	6.*	7.*
Novembris	$V_{Na_2S_2O_3}$, mL	6,68	6,38	4,88	6,80	8,13	8,28	0,00
	S_n , mL	0,04	0,04	0,04	0,07	0,04	0,04	0,00
Janvāris	$V_{Na_2S_2O_3}$, mL	1,63	1,43	1,03	-	-	-	-
	S_n , mL	0,04	0,04	0,04	-	-	-	-
Februāris	$V_{Na_2S_2O_3}$, mL	2,30	2,18	1,65	-	-	-	-
	S_n , mL	0,07	0,04	0,14	-	-	-	-
Marts	$V_{Na_2S_2O_3}$, mL	2,10	1,40	1,88	-	-	-	-
	S_n , mL	0,07	0,07	0,03	-	-	-	-
Aprīlis	$V_{Na_2S_2O_3}$, mL	2,05	2,30	1,55	1,08	2,50	1,98	1,40
	S_n , mL	0,07	0,07	0,07	0,04	0,07	0,04	0,07

* ziemas mēnešos nebija iespējams paņemt virszemes ūdens paraugus.

2.4. Ķīmiskā skābekļa patēriņa noteikšana

Šķīdumu pagatavošana.

- 0,002 M $KMnO_4$ šķīdums, kuru gatavo no 0,02 M $KMnO_4$ 10 reizes atšķaidot. (R:8-22-50/53; S:60-61)
- 5 M un 2 M H_2SO_4 šķīdumi, kurus gatavo no koncentrētas sērskābes ņemot attiecīgi 140 mL un 110 mL un tos atšķaidot ar destilētu ūdeni 500 mL un 1 L mērkolbās. (R:35; S: 26-30-45)
- 0,005 M $H_2C_2O_4$ šķīdumu gatavo no 100 mL 0,05 M skābeņskābes šķīduma to atšķaida viena litra mērkolbā ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. (R:34-21/22-63; S:26-27-36/37/39)

Kālija permanganāta šķīduma standartizēšana. Koniskajā kolbā iemēra 20 mL $H_2C_2O_4$ standartšķīduma, pieliek 20 mL 2 M H_2SO_4 šķīduma, uzsilda līdz 60 – 70 °C un lēnām titrē ar kālija permanganāta šķīdumu līdz neizzūdošam vāji sārtam krāsojumam.

Darba gaita. 300 mL kolbā ievieto vārķermenīšus, iemēra ar pipeti 100,0 mL analizējamā ūdens parauga, pievieno 5,0 mL 5 M H_2SO_4 šķīduma un ātri uzkaršē līdz viršanai. Kolbu ar šķīdumu noņem no elektriskās plītiņas un ātri no biretes pievieno 15,00 mL $KMnO_4$ šķīdumu un kolbai uzliek piltuvi, lai novērstu šķidrums daļiņu varbūtējo izkļūšanu no kolbas, šķīdumu vāra 10 minūtes. Pēc tam kolbu noņem no plītiņas un tās saturam pievieno

15,00 mL H₂C₂O₄ šķīduma un karsto šķīdumu attitrē ar kālija permanganātu, kamēr parādās sārts krāsojums, kas neizzūd 30 sekunžu laikā.

Aprēķinu formulas:

$$\gamma(O) = \frac{5 \left[c_{KMnO_4} \cdot (V_{1,KMnO_4} + V_{2,KMnO_4}) - \frac{2 \cdot c_{H_2C_2O_4} \cdot V_{H_2C_2O_4}}{5} \right]}{2} \cdot \frac{A_O \cdot 1000}{V_{H_2O}} \text{ [mg/L]}$$

kur: V_{1 KMnO₄} – oksidēšanai pieliktais permanganāta šķīduma tilpums (15 mL);

V_{2 KMnO₄} – attitrēšanai izlietotais permanganāta šķīduma tilpums, mL;

C_{H₂C₂O₄} – skābeņskābes šķīduma molārā koncentrācija, mol/L;

V_{H₂C₂O₄} – pievienotais skābeņskābes šķīduma tilpums, mL;

A_O – skābekļa atommasa;

V_{H₂O} – analīzei ņemtā ūdens tilpums, mL.

2.2. tabula

Attitrēšanā izlietotais kālija permanganāta tilpums

Mēnesis	Parauga nr.	1.	2.	3.	4.*	5.*	6.*	7.*
Novembris	V _{KMnO₄} , mL	2,13	1,98	1,88	4,03	5,58	10,15	9,95
	S _n , mL	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04	0,07	0,07
Janvāris	V _{KMnO₄} , mL	3,13	3,08	2,78	-	-	-	-
	S _n , mL	0,04	0,04	0,04	-	-	-	-
Februāris	V _{KMnO₄} , mL	1,7	1,6	3,6	-	-	-	-
	S _n , mL	0,2	0,1	0,3	-	-	-	-
Marts	V _{KMnO₄} , mL	1,30	1,05	0,78	-	-	-	-
	S _n , mL	0,07	0,07	0,04	-	-	-	-
Aprīlis	V _{KMnO₄} , mL	1,10	1,05	0,33	2,13	3,28	11,98	12,28
	S _n , mL	0,07	0,14	0,04	0,04	0,04	0,04	0,04

* ziemas mēnešos nebija iespējams paņemt virszemes ūdens paraugus.

2.5. Kompleksonometriskā ūdens cietības noteikšana

Šķīdumu pagatavošana.

- 0,025 M kompleksona III šķīduma pagatavošanai ņem 1,67 g vielas, kuru šķīdina 250 mL destilēta ūdens, mērkolbu uzpilda līdz atzīmei un samaisa. (R:22-36/37/38; S: 26-36)
- 0,025 M MgSO₄·7H₂O standartšķīdumu pagatavo no 0,6161 g vielas šķīdinot to 100 mL destilēta ūdens. (R:20/21/22; S: 36)
- Indikators eriohrommelnais T (indikatora maisījums ar NaCl attiecībā 1:100)

- Amonija buferšķīduma pagatavošanai 1 L mērkolbā ieber 54 g NH₄Cl, izšķīdina apmēram 500 mL destilēta ūdens, pievieno 350 mL konc. NH₄OH un ar destilētu ūdeni uzpilda kolbu līdz atzīmei.

Kompleksona III šķīduma standartizēšana. Ar Mora pipeti iemēra 20 mL MgSO₄·7H₂O standartšķīduma (c = 0,025 mol/L) koniskā kolbā, pievieno 5 mL amonija buferšķīduma ar pH = 10 un dažus kristāliņus indikatora eriohrommelnā T. Titrē no motorbiretes ar kompleksona III šķīdumu, līdz sarkanā krāsa pāriet zilā.

Ūdens cietības noteikšana titrējot ar kompleksona III šķīdumu. Ar 25 mL Mora pipeti analizējamo ūdeni iemēra koniskā kolbā, pievieno 5 mL amonija buferšķīduma ar pH = 10, dažus kristāliņus indikatora eriohrommelnā T un titrē no biretes ar kompleksona III šķīdumu līdz sarkanā krāsa pāriet zilā.

Aprēķinu formula:

$$c_{\text{kompI.III}} = \frac{c_{\text{MgSO}_4} \cdot V_{\text{MgSO}_4}}{V_{\text{kompI.III}}} \quad [\text{mol} / \text{L}] \quad c_{\text{Ca(II)+Mg(II)}} = \frac{c_{\text{kompI.III}} \cdot V_{\text{kompI.III}} \cdot 10^3}{V_{\text{anal.H}_2\text{O}}} \quad \text{mmol} / \text{L}$$

2.3. tabula

Kompleksonometriskās titrēšanas rezultāti

Mēnesis	Parauga nr.	1.	2.	3.	4.*	5.*	6.*	7.*
Novembris	V _{kompI.} , mL	4,16	4,16	2,41	4,20	3,70	1,94	1,59
	S _n , mL	0,02	0,03	0,02	0,01	0,02	0,06	0,04
Janvāris	V _{kompI.} , mL	4,16	3,89	2,32	-	-	-	-
	S _n , mL	0,04	0,08	0,03	-	-	-	-
Februāris	V _{kompI.} , mL	3,99	3,92	2,46	-	-	-	-
	S _n , mL	0,03	0,06	0,02	-	-	-	-
Marts	V _{kompI.} , mL	4,17	4,23	2,42	-	-	-	-
	S _n , mL	0,02	0,01	0,01	-	-	-	-
Aprīlis	V _{kompI.} , mL	3,67	3,55	2,38	3,99	3,60	1,95	1,06
	S _n , mL	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,02	0,01

* ziemas mēnešos nebija iespējams paņemt virszemes ūdens paraugus.

2.6. Merkurimetriska hlorīdjonu noteikšana

Šķīdumu pagatavošana.

- 0,1 M KCl šķīdums, kuru pagatavo 0,7455 g vielas šķīdinot 100 mL mērkolbā atšķaidot ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. (R: 36/37/38; S: 26-37/39)
- 0,05 M Hg(NO₃)₂ šķīdumu gatavo 8,6655 g Hg(NO₃)₂ · H₂O šķīdinot 500 mL destilēta ūdens. (R: 26/27/28-33-51/53; S: 13-28-45-60-61)
- 0,2 M HNO₃ šķīdums gatavo 7,2 mL koncentrētas slāpekļskābes atšķaida 500 mL destilēta ūdens. (R: 8-34-23/24/25; S: 17-26-27-36/37/39)

- Indikatoru gatavo 0,5 g difenilkarbazona un 0,05 g bromfenolzilā šķīdinot 100 mL 95% etanolā.

Dzīvsudraba (II) nitrāta šķīduma standartizēšana. Ar Mora pipeti koniskā kolbā iemēra 5 mL KCl standartšķīduma ar koncentrāciju 0,1 M un atšķaida ar destilētu ūdeni apmēram līdz 100 mL lielam tilpumam. Šķīdumam pievieno 10 pilienus indikatora difenilkarbazīna, tad pa pilienam pieliek 0,2 M HNO₃ šķīdumu līdz rodas dzeltens krāsojums (pH = 3,6) un tad vēl pievieno 5 pilienus slāpekļskābes. Šķīdumu titrē ar Hg(NO₃)₂ līdz vāji violetam krāsojumam.

Darba gaita. Koniskā kolbā iemēra 100 mL analizējamā ūdens parauga, pievieno tos pašus reaģentus un tādos pašos daudzumos, kā standartizējot. Titrē ar dzīvsudraba (II) nitrātu līdz vāji sārtam krāsojumam.

Aprēķinu formulas:

$$c_{\text{Hg(NO}_3)_2} = \frac{c_{\text{KCl}} \cdot v_{\text{KCl}}}{2 \cdot V_{\text{Hg(NO}_3)_2}} \quad [\text{mol} / \text{L}] \quad c_{\text{Cl}^-} = \frac{2 \cdot c_{\text{Hg(NO}_3)_2} \cdot V_{\text{Hg(NO}_3)_2} \cdot M_{\text{Cl}^-}}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \quad [\text{mg} / \text{L}]$$

2.4. tabula

Hlorīdjonu titrēšanas rezultāti

Mēnesis	Parauga nr.	1.	2.	3.	4.*	5.*	6.*	7.*
Novembris	V _{Hg(NO₃)₂} , mL	0,48	0,47	0,08	0,63	0,63	0,82	0,26
	S _n , mL	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01
Janvāris	V _{Hg(NO₃)₂} , mL	0,53	0,47	0,12	-	-	-	-
	S _n , mL	0,03	0,03	0,01	-	-	-	-
Februāris	V _{Hg(NO₃)₂} , mL	1,94	1,90	0,40	-	-	-	-
	S _n , mL	0,03	0,01	0,01	-	-	-	-
Marts	V _{Hg(NO₃)₂} , mL	1,81	1,76	0,38	-	-	-	-
	S _n , mL	0,01	0,01	0,01	-	-	-	-
Aprīlis	V _{Hg(NO₃)₂} , mL	1,94	1,96	1,77	2,44	3,07	2,63	1,36
	S _n , mL	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01	0,01

* ziemas mēnešos nebija iespējams paņemt virszemes ūdens paraugus.

2.7. Spektrofotometriskā dzelzs(II) jonu noteikšana

Šķīdumu pagatavošana.

- Dzelzs(II) standartšķīdums ar $\gamma_{\text{Fe}} = 0,005$ mg/mL, ko gatavo 2,5 mL izejas šķīduma ar koncentrāciju 0,1 mg/mL atšķaidot ar destilētu ūdeni 50 mL mērkolbā.
- 1,10 – fenantrolīna šķīdums, kuru gatavo 0,280 g vielas izšķīdinot 10 mL etanola un atšķaidot ar ūdeni līdz 100 mL atzīmei. (R: 10/34; S: 36/37)

- Hidroksilamīna hlorīds, 10%, kuru gatavo 10 g vielas izšķīdinot 100 mL mērkolbā ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. (R: 34-20/21/22; S: 22-26-28-36/37/39)
- 1M HCl šķīdums. Atšķaida 8,7 mL koncentrētas HCl 100 mL mērkolbā ar destilētu ūdeni. (R: 8-34-23/24/25; S: 17-26-36/37/39-23)
- Amonija hidroksīda šķīdums, koncentrēts. (R: 34-22; S:45-26-27-36/37/39).

Kalibrēšanas taisnes iegūšana. Septiņas 50 mL mērkolbas numurē un katrā mērkolbā iemēra dzelzs(II) standartšķīdumu ar koncentrāciju 0,005 mg/mL. Mērkolbās ielej šādus standartšķīduma tilpumus: 0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 4,0 mL; 6,0 mL; 8,0 mL un 10,0 mL. Pēc tam katrā mērkolbā ielej 1 mL 1,10-fenantrolīna šķīduma un visas mērkolbas uzpilda ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. Ar spektrofotometru 3 cm kivetēs izmēra šķīdumu gaismas absorbciju, par salīdzināšanas šķīdumu izmantojot 1. kolbas šķīdumu, kas nesatur dzelzs(II) jonus. Šķīdumu absorbciju mēra pie 530 nm. No iegūtajiem datiem konstruē kalibrēšanas taisni, uz ordinātu ass atliekot gaismas absorbciju A , bet uz abscisu ass – dzelzs(II) jonu masas koncentrāciju mg/L.

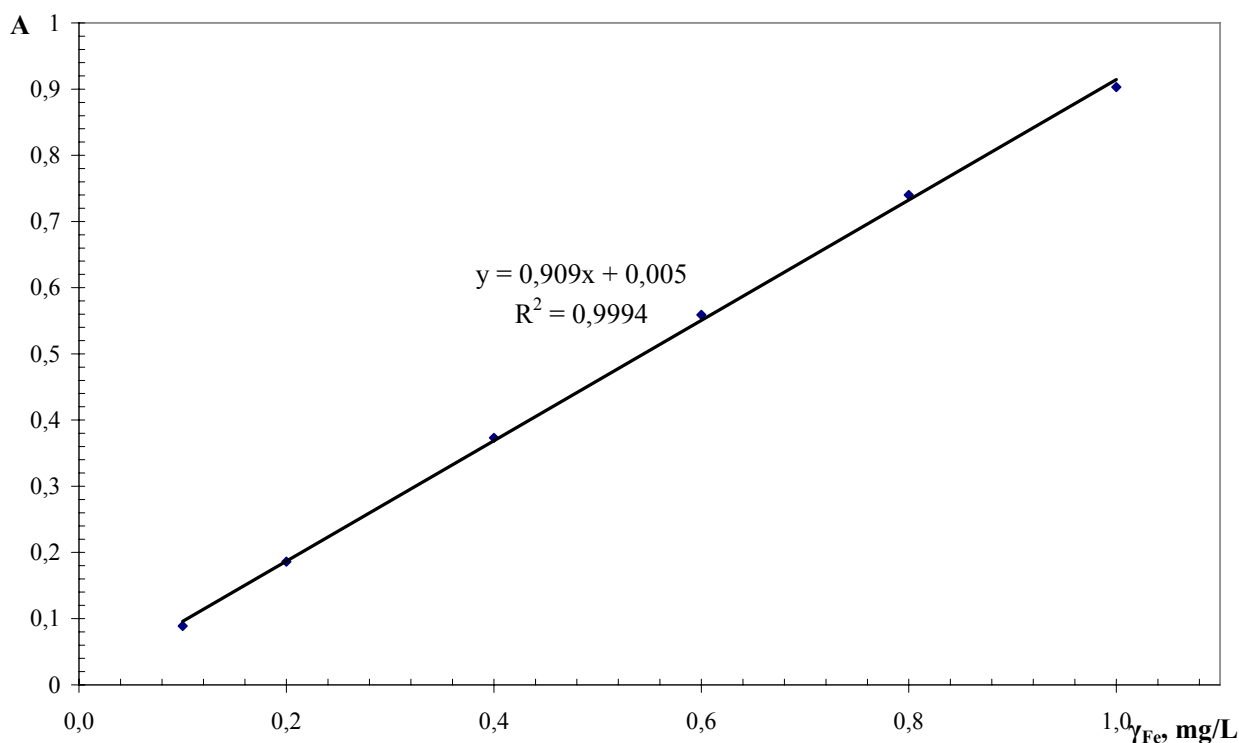
2.5. tabula

Kalibrēšanas taisnes dati un novembra mēnesī iegūtie dati

Nr.p.k.	V_{Fe} , mL	γ_{Fe} , mg/L	A	Parauga Nr.	A	S_n
				1.	0,057	0,004
1.	1	0,1	0,089	2.	0,027	0,003
2.	2	0,2	0,186	3.	0,030	0,005
3.	4	0,4	0,373	4.	0,466	0,007
4.	6	0,6	0,559	5.	0,032	0,003
5.	8	0,8	0,74	6.	0,077	0,005
6.	10	1	0,903	7.	0,411	0,006

Dzelzs(II) jonu noteikšana ūdens paraugos. Pie 25 mL analizējamā ūdens pieliek 1 mL iepriekš pagatavotu sālsskābes šķīdumu. Lai izšķīdinātu visus dzelzs savienojumus, vāra apmēram 10 minūtes, atdzesē šķīdumus, ja duļķaini, filtrē, pieliek 1 mL hidroksilamīna un 1 mL 1,10-fenantrolīna šķīduma. Pēc tam šķīdumu neitralizē ar koncentrētu amonija hidroksīda šķīdumu līdz pH 4-5, kvantitatīvi pārnes 50 mL mērkolbā un ar destilētu ūdeni uzpilda līdz atzīmei. Izmēra šķīduma gaismas absorbciju. Par salīdzināšanas šķīdumu izmanto līdzīgā veidā iegūtu šķīdumu, tikai ūdens parauga vietā ņem destilētu ūdeni. Izmantojot graduēšanas taisni, atrod dzelzs(II) koncentrāciju analizējamajā ūdens paraugā mg/L. Dzelzs jonu koncentrāciju aprēķina pēc šādas formulas:

$$\gamma_{Fe} = \gamma_{no\ graf.} \cdot \frac{50}{25} \text{ mg/L}$$



2.2.att. Kalibrēšanas grafiks Fe(II) fotometriskai noteikšanai ar o-fenantrolīnu

2.8. Turbidimetriska sulfātjonu noteikšana

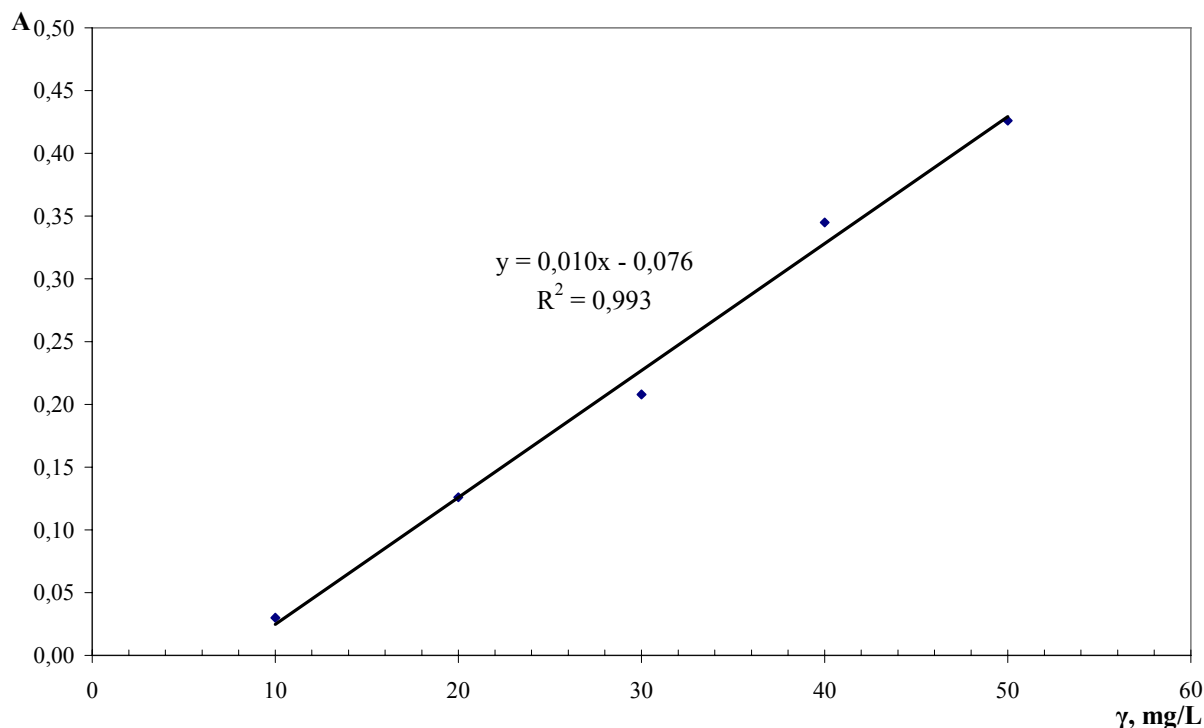
Šķīdumu pagatavošana.

- K_2SO_4 šķīdums ar sulfātjonu koncentrāciju 0,5 g/L, ko gatavo no 0,4534 g vielas to atšķaidot 500 mL mērkolbā ar destilētu ūdeni līdz atzīmei. (R: 22; S: 36)
- Kondicionējošais maisījums, 120 g NaCl šķīdina ūdenī paskābinot ar 10 mL konc. HCl un pievieno 500 mL glicerīna, iegūto šķīdumu atšķaida ar destilētu ūdeni līdz litram.

Kalibrēšanas taisnes iegūšanai piecās 50 mL mērkolbās iemēra attiecīgi 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 4,0 mL un 5,0 mL kālija sulfāta standartšķīduma ar koncentrāciju $\gamma_{(SO_4^{2-})} = 0,5$ mg/mL ieskalo ar destilētu ūdeni apmēram līdz 30 mL. Ņem pirmo kolbu, pievieno 10 mL kondicionējošā maisījuma, pievieno 0,2 g uz tehniskajiem svāriem nosvērtu $BaCl_2 \cdot 2H_2O$, rūpīgi samaisa, līdz bārija hlorīds pilnīgi izšķīst, atšķaida ar destilētu ūdeni līdz atzīmei iegūst šķīdumus ar koncentrāciju attiecīgi: 10; 20; 30; 40 un 50 mg/L. Šādā veidā sagatavoto suspensiju iepilda 2 cm kivetēs un tūlīt izmēra gaismas absorbciju pie $\lambda = 450$ nm. Kā salīdzināšanas šķīdumu izmanto destilētu ūdeni. Kad iegūts pirmais mērījums, pakāpeniski sagatavo pārējās kolbas tādā pat veidā iegūstot šādus absorbcijas lielumus: 0,040; 0,115; 0,200; 0,304; 0,424. No iegūtajiem datiem zīmē kalibrēšanas grafiku.

Sulfātjonu noteikšana ūdens paraugos. Ar pipeti 25 mL analizējamā ūdens parauga pārnes 50 mL mērkolbā, paskābina ar HCl, pievieno 10 mL kondicionējošā maisījuma, 0,2 g bārija hlorīda dihidrāta un rūpīgi samaisa, mērkolbu atšķaida ar destilētu ūdeni līdz atzīmei un vēlreiz rūpīgi samaisa. Izmēra šķīduma gaismas absorbciju tāpat, kā kalibrēšanas taisnes iegūšanā. Sulfātjonu koncentrāciju aprēķina šādi:

$$\gamma_{SO_4^{2-}} = \gamma_{no\ graf.} \cdot \frac{50}{25} \text{ mg/L}$$



2.3. att. Sulfātjonu kalibrēšanas grafiks

2.6. tabula

Aprīļa mēnesī iegūtie dati par sulfātjonu saturu dzeramajā ūdenī

Paraugs	$A_{vid.}$	S_n
krāna ūdens	0,131	0,001
akas ūdens	0,129	0,001
pilsētas ūdens	0,235	0,001
avots pils priekšā	0,129	0,001
dīķis pils priekšā	0,131	0,002
dīķis aiz pils	0,080	0,014
purvs	0,062	0,002

2.9. Fosfātjonu spektrofotometriskā noteikšana

Šķīdumu pagatavošana.

- Fosfātu standartšķīdums ar koncentrāciju $\gamma_{PO_4^{3-}} = 0,1 \text{ mg/mL}$, gatavo no KH_2PO_4 , 0,7165 g vielas šķīdinot destilētā ūdenī viena litra mērkolbā.

Standartšķīdumu ar koncentrāciju 0,01 mg/mL gatavo tieši pirms darba, atšķaidot iepriekš pagatavoto standartšķīdumu. (S: 24/25)

- $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24}$ šķīdums, 25 g $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ šķīdina 600 mL destilēta ūdens, pēc tam uzmanīgi maisot pievieno 337 mL koncentrētas sērskābes, pēc atdzesēšanas atšķaida ar destilētu ūdeni līdz litram. (R: 36/37/38; S: 26-36)
- Svaigi gatavots 0,35% askorbīnskābes šķīdums 0,35 g vielas šķīdina 100 mL mērkolbā un to pēc tam atšķaida līdz atzīmei.

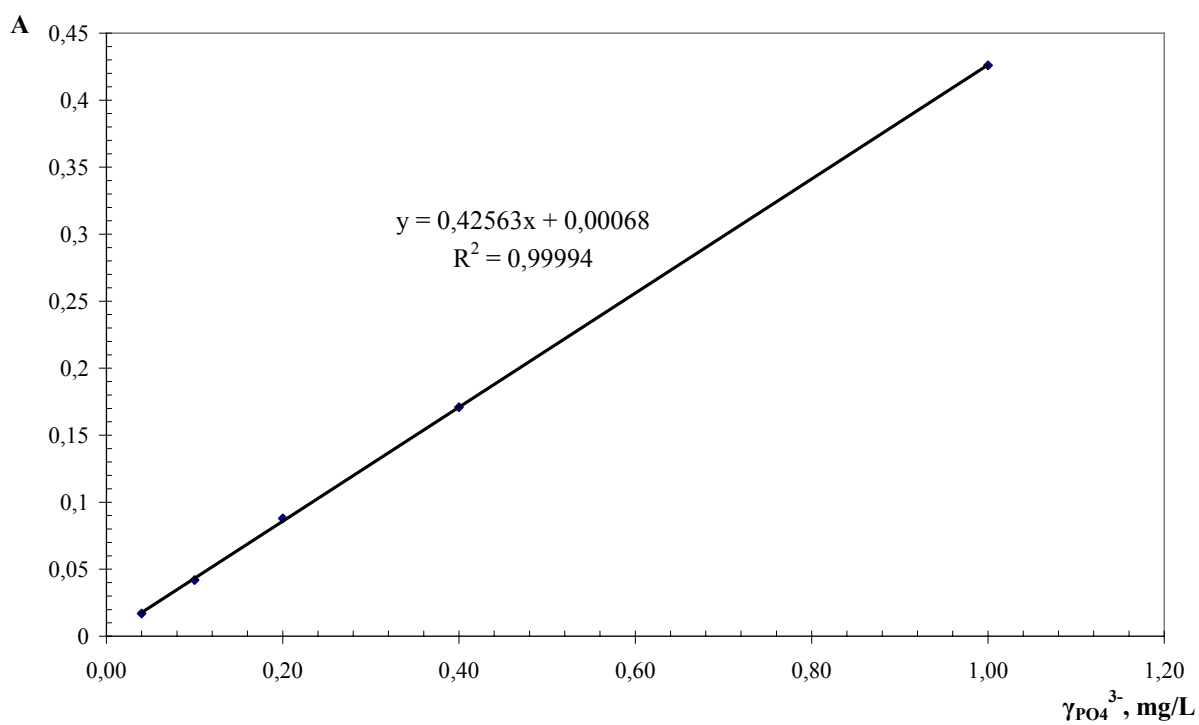
Kalibrēšanas taisnes uzņemšana. Septiņās mērkolbās iemēra attiecīgi 0 mL; 1,0 mL; 2,0 mL; 3,0 mL; 5,0 mL; 8,0 mL un 10,0 mL fosfātu standartšķīdumu ar koncentrāciju $\gamma_{\text{PO}_4^{3-}} = 0,01$ mg/mL, ieskalo ar destilētu ūdeni apmēram līdz 25 mL, pievieno 1 mL amonija molibdāta, 2 mL 0,35% askorbīnskābes šķīduma un mērkolbas 15 minūtes karsē vāroša ūdens vannā, tad atdzesē, atšķaida ar destilētu ūdeni līdz atzīmei iegūstot šķīdumus ar koncentrāciju 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 un 1,00 mg/L un mēra gaismas absorbciju pie $\lambda = 880$ nm. Iegūtās absorbcijas: 0,017; 0,042; 0,088; 0,171 un 0,426. Zīmē kalibrēšanas grafiku pēc iegūtajiem datiem.

Fosfātjonu noteikšana analizējamā paraugā. Ar pipeti 50 mL analizējamā ūdens parauga pārnes 100 mL mērkolbā, pievieno tādus pašus reaģentus, kādi tika izmantoti graduēšanas grafika iegūšanai. Analizējamajos paraugos (privātmājas krāna, akas, pilsētas ūdens), kuros fosfātjonu ir maz, noteikšanai ņem 75 mL parauga.

2.7. tabula

Fosfātjonu saturs novembra mēnesī

Nr.	Paraugš	$A_{\text{vid.}}$	S_n
1.	krāna ūdens	0,124	0,01
2.	akas ūdens	0,109	0,01
3.	pilsētas ūdens	0,015	0,01
4.	avots pils priekšā	0,044	0,01
5.	dīķis pils priekšā	0,054	0,01
6.	dīķis aiz pils	0,163	0,01
7.	purvs	0,162	0,01



2.4. att. Fosfātjonu kalibrēšanas grafiks aprīļa mēnesī

3. REZULTĀTI UN TO IZVĒRTĒJUMS

3.1. Dzeramā ūdens ķīmiskais sastāvs

Novembra, janvāra, februāra, marta un aprīļa mēnešos ņemti 3 dzeramā ūdens paraugi, kuriem nosaka šādus ķīmiskos parametrus – ūdenī izšķīdušo skābekli, ķīmisko skābekļa patēriņu, cietību, hlorīdjonu, dzelzs jonu, sulfātjonu, kā arī fosfātjonu daudzumu.

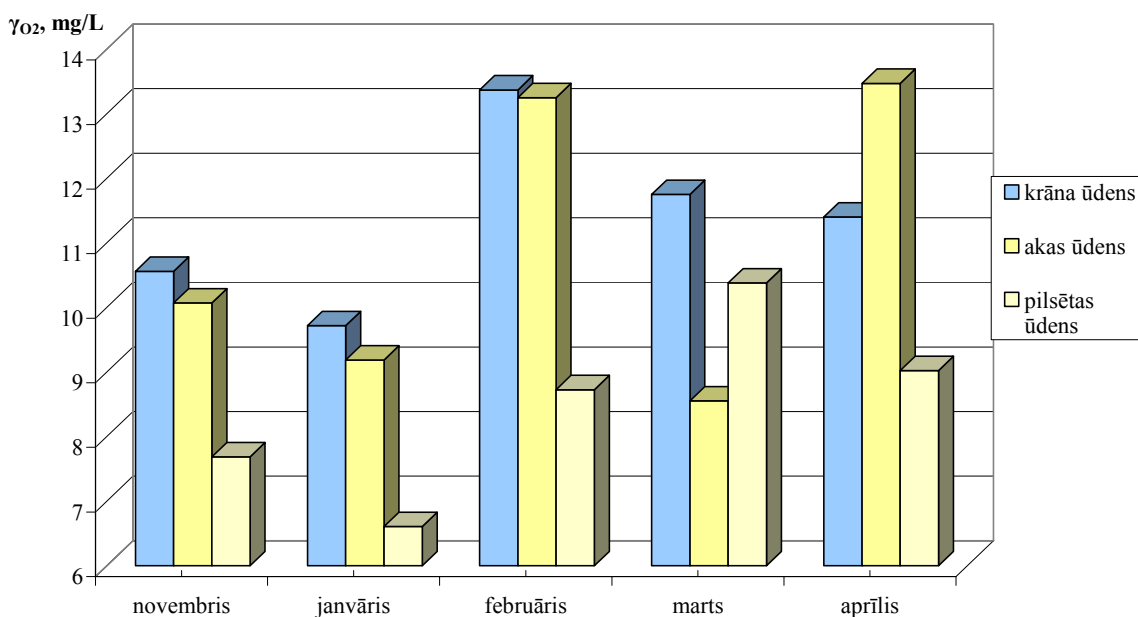
2.1. tabula

Noteiktie raksturlielumi dzeramā ūdens paraugiem 5 mēnešu laikā

Paraugšs	nosaka mēnesis	Izšķīdušais O ₂ , mg/L				
		novembris	janvāris	februāris	marts	aprīlis
1.	krāna ūdens	10,6±0,1	9,7±0,2	13,4±0,2	11,8±0,2	11,4±0,2
2.	akas ūdens	10,1±0,1	9,2±0,2	13,3±0,2	8,6±0,1	13,5±0,1
3.	pilsētas ūdens	7,7±0,2	6,6±0,2	8,7±0,2	10,4±0,2	9,0±0,1
Paraugšs		ĶSP, mg/L				
1.	krāna ūdens	0,9±0,1	1,2±0,1	1,1±0,1	0,9±0,1	1,1±0,1
2.	akas ūdens	0,8±0,1	1,1±0,1	1,1±0,1	0,7±0,1	1,1±0,2
3.	pilsētas ūdens	0,7±0,1	0,9±0,5	0,6±0,1	0,5±0,1	0,5±0,1
Paraugšs		Cietība, mmol/L				
1.	krāna ūdens	4,14±0,02	4,16±0,04	4,01±0,03	4,21±0,02	3,68±0,01
2.	akas ūdens	4,14±0,03	3,89±0,08	3,93±0,06	4,28±0,01	3,56±0,01
3.	pilsētas ūdens	2,40±0,02	2,32±0,03	2,46±0,02	2,45±0,01	2,39±0,01
Paraugšs		Hlorīdi, mg/L				
1.	krāna ūdens	16,6±0,5	18,7±0,9	104,3±0,8	96,5±0,4	103,5±0,4
2.	akas ūdens	16,3±0,5	16,6±0,9	101,5±0,2	93,8±0,4	104,5±0,4
3.	pilsētas ūdens	2,8±0,5	4,2±0,5	21,1±0,4	20,0±0,4	94,4±0,4
Paraugšs		Dzelzs, mg/L				
1.	krāna ūdens	0,11±0,01	0,06±0,01	0,04±0,01	0,05±0,01	0,04±0,01
2.	akas ūdens	0,05±0,01	0,07±0,01	0,04±0,01	0,02±0,01	0,04±0,01
3.	pilsētas ūdens	0,05±0,01	0,09±0,01	0,06±0,02	0,05±0,01	0,05±0,01
Paraugšs		Sulfāti, mg/L				
1.	krāna ūdens	58,5±0,2	51,3±0,3	13,6±0,8	13,2±0,4	10,2±0,1
2.	akas ūdens	50,3±0,6	52,4±0,2	13,1±0,1	13,1±0,4	10,1±0,1
3.	pilsētas ūdens	74,8±0,2	81,3±0,2	18,5±0,3	18,5±0,3	15,4±0,1
Paraugšs		Fosfāti, mg/L				
1.	krāna ūdens	0,43±0,03	0,33±0,03	0,05±0,01	0,24±0,01	0,22±0,02
2.	akas ūdens	0,72±0,01	0,39±0,01	0,04±0,01	0,25±0,01	0,19±0,03
3.	pilsētas ūdens	0,43±0,06	0,24±0,02	0,03±0,01	0,17±0,01	0,02±0,01

Ūdenī izšķīdušā skābekļa daudzums. Izšķīdušais skābeklis uzlabo ūdens garšu. Par robežkoncentrāciju ilgākā laika periodā varētu uzskatīt 4 – 5 mg/L skābekļa, savukārt augstvērtīgu zivju sugu uzturēšanai nepieciešams 8 – 15 mg/L skābekļa ūdenī [35]. Laika posmā no novembra līdz februārim ieskaitot un arī aprīlī krāna un akas ūdenī skābekļa ir

vairāk nekā pilsētas ūdenī. Vienīgi martā akas ūdenī izšķīdušā skābekļa daudzums ir mazāks kā pilsētas ūdenī.

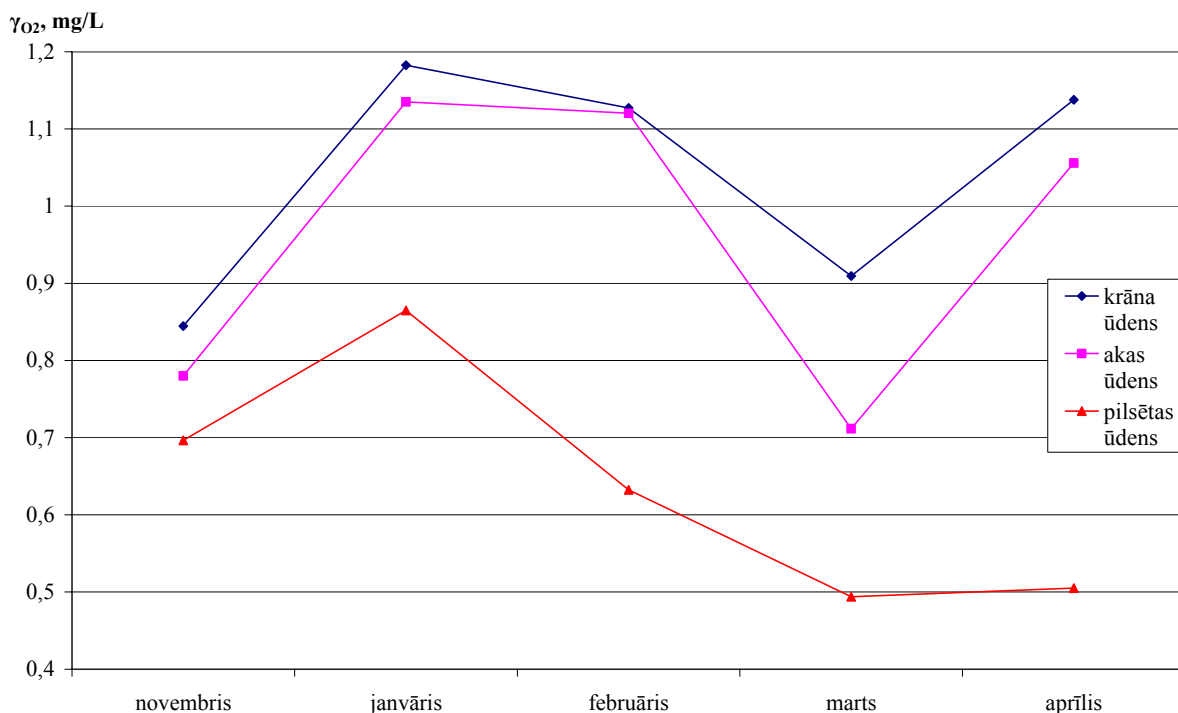


3.1. att. Ūdenī izšķīdušā skābekļa izmaiņas pa mēnešiem

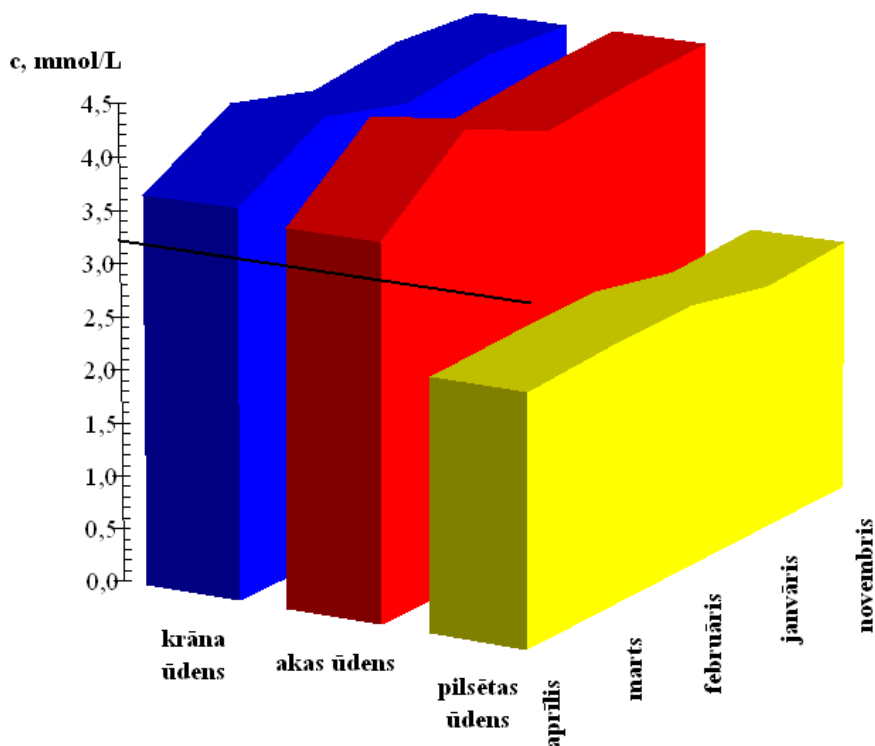
Ķīmiskais skābekļa patēriņš. Svarīgs ūdens tīrības pakāpi raksturojošs parametrs ir oksidējamība, kuras kontrolrādītājs ir 5,0 mg/L O₂. Ķīmiskais skābekļa patēriņš raksturo organisko un neorganisko reducētāju saturu ūdenī. Dzeramā ūdens paraugos ĶSP vērtība nepārsniedz 1,14 mg/L. Zemākas šī parametra vērtības ir pilsētas ūdenim, kura lielākā vērtība ir 0,9 mg/L, to varētu izskaidrot ar ūdens attīrīšanu, jo privātmājas ūdens filtrējas tikai caur zemes virsējiem slāņiem un netiek attīrīts. Kā redzams 3.2. att., tad privātmājas un akas ūdens ķīmiskais skābekļa patēriņš daudz neatšķiras, ja neskaita marta mēneša paraugu. Privātmājā lietotais dzeramais ūdens satur vairāk reducējošo vielu salīdzinot ar pilsētas dzeramo ūdeni.

Cietība. Dzeramā ūdens paraugu analīzēs noskaidrots, ka pilsētas ūdens ir vērtējams kā diezgan ciets ūdens, bet privātmājas ūdens ir vērtējams kā ciets. Pilsētas ūdens tiek iegūts no urbuma, tādēļ vajadzētu būt lielai ūdens cietībai. Iegūtais rezultāts liek domāt par to, ka ūdeni mīkstina, lai patērētājam būtu mazākas problēmas ar sadzīves tehnikas paātrinātu nolietoto ūdens cietības dēļ. Privātmājā lietotajam dzeramajam ūdenim cietība ir apmēram 2 reizes lielāka salīdzinot ar pilsētas dzeramo ūdeni, tādēļ ir jāpievērš lielāka uzmanība sadzīves tehnikai. Regulāri jāveic atkaļķošana, lai novērstu katlakmens veidošanos uz sildelementiem. Cietības mērījumi ir samērā stabili, maz mainās atkarībā no laika.

Krāna un akas ūdenim cietība aprīļa mēnesī samazinās, kam par iemeslu varētu būt straujā sniega kušana, kā rezultātā caur zemi filtrējās krietni vairāk lietus un sniega ūdens un tas sajaucās ar akas ūdeni. Grafisku attēlojumu cietības izmaiņām pa mēnešiem skat. 3.3.att..



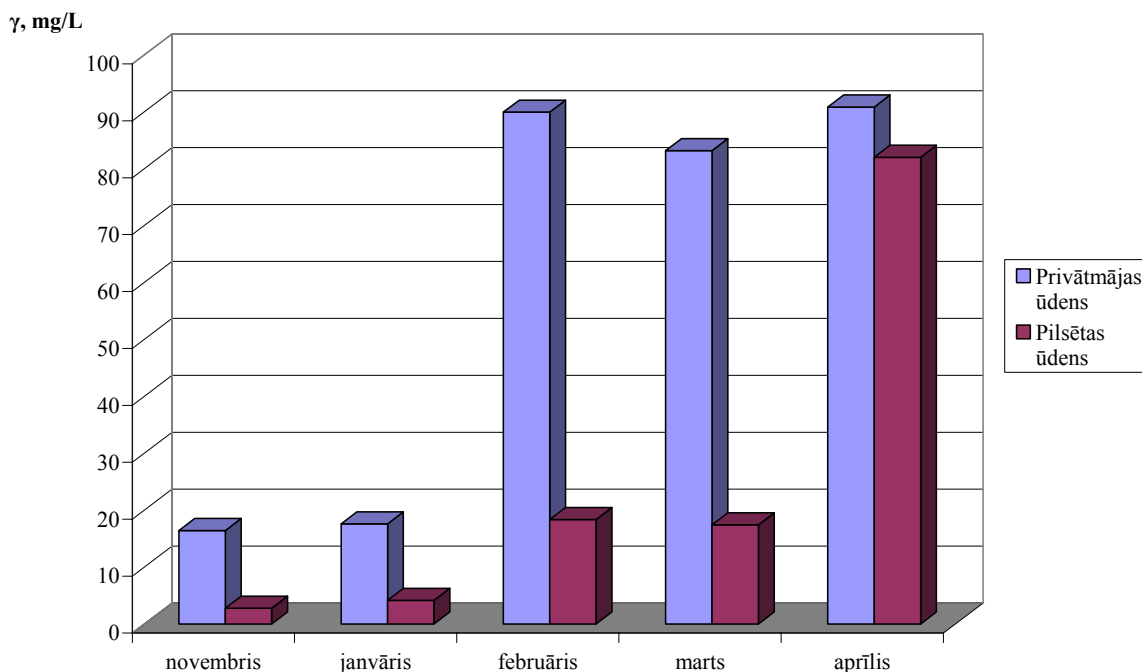
3.2. att. Oksidējamības maiņa pa mēnešiem



3.3. att. Cietības stabilitāte, robeža starp diezgan cietu un cietu ūdeni

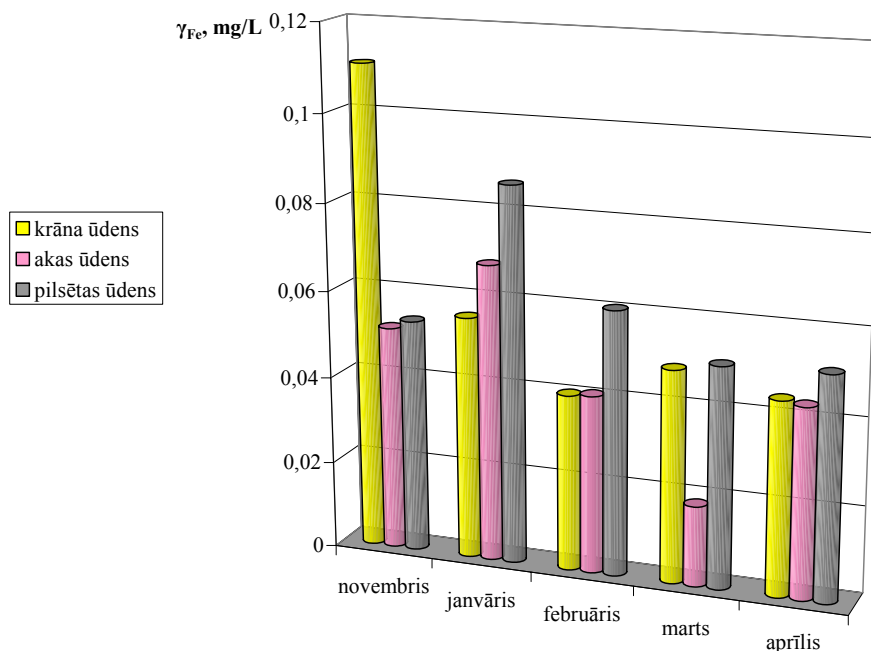
Hlorīdi. Šo jonu maksimāli pieļaujamais daudzums dzeramajā ūdenī ir 250 mg/L [34]. Kā redzams 3.4. attēlā, tad novembrī un janvārī nevienā no dzeramā ūdens paraugiem nav

paaugstināts hlorīdjonu saturs, bet aplūkojot tālāko mēnešu rezultātus, ir novērojams liels lēciens – hlorīdjonu saturs pieaug vairāk kā 5 reizes. Tas var liecināt par radušos piesārņojumu. Hlorīdjonu koncentrācijas palielināšanos privātmājas ūdenī novēro jau februāra mēnesī (akas dziļums 1,70 m), taču pilsētas ūdenī palielināta hlorīdjonu koncentrācija tiek sasniegta tikai aprīļa mēnesī, jo urbumu dziļums ir daudzreiz lielāks. 3 mēnešu laikā hlorīdjonu sasniedz pazemes ūdeņu zemākos slāņus .



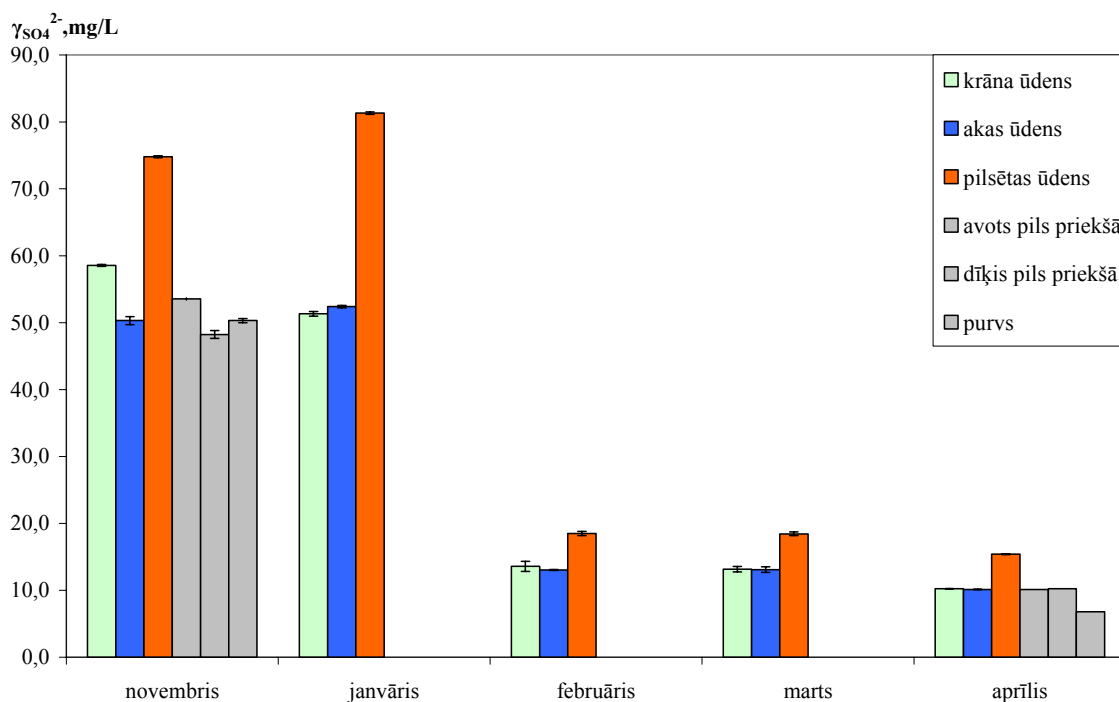
3.4.att. Hlorīdjonu satura atšķirības pilsētas un privātmājas dzeramajiem ūdeņiem

Kopējais dzelzs jonu saturs. Dzelzs saturs ūdeņos arī ir dažāds. Maksimāli pieļaujama dzelzs saturs dzeramajā ūdenī ir 0,2 mg/L [34]. Pārbaudītajiem dzeramā ūdens paraugiem dzelzs saturs ir zemāks par noteikto robežvērtību. Ūdens no akas līdz mājai tek pa plastmasas caurulēm, līdz ar to samazinās dzelzs jonu rašanās iespēja. Novembra mēnesī bija plīsusi ūdensvada caurule un tika veikti remontdarbi, kā rezultātā krāna ūdens paraugā uzrādās augstāks dzelzs jonu saturs. Marta mēnesī arī veikti nelieli remontdarbi, kas atstāja iespaidu uz dzelzs daudzumu krāna ūdens paraugā. Kopumā privātmājas krāna un akas ūdenī dzelzs daudzums ir līdzīgs un tas ir mazāks nekā pilsētas ūdenī. Artēziskais ūdens pilsētas artēziskajās akās neatbilst dzeramā ūdens obligātajām nekaitīguma prasībām attiecībā uz dzelzs daudzumu. 2002. – 2003.gadā uzbūvētas Centra, Jauntukuma un Kuldfīgas ielas ūdens atdzelžošanas stacijas [1]. Darbojoties atdzelžošanas stacijām Tukuma pilsētas iedzīvotāji saņem kvalitatīvu dzeramo ūdeni. Dzelzs satura izmaiņas dzeramā ūdens paraugiem parādītas 3.5. attēlā.



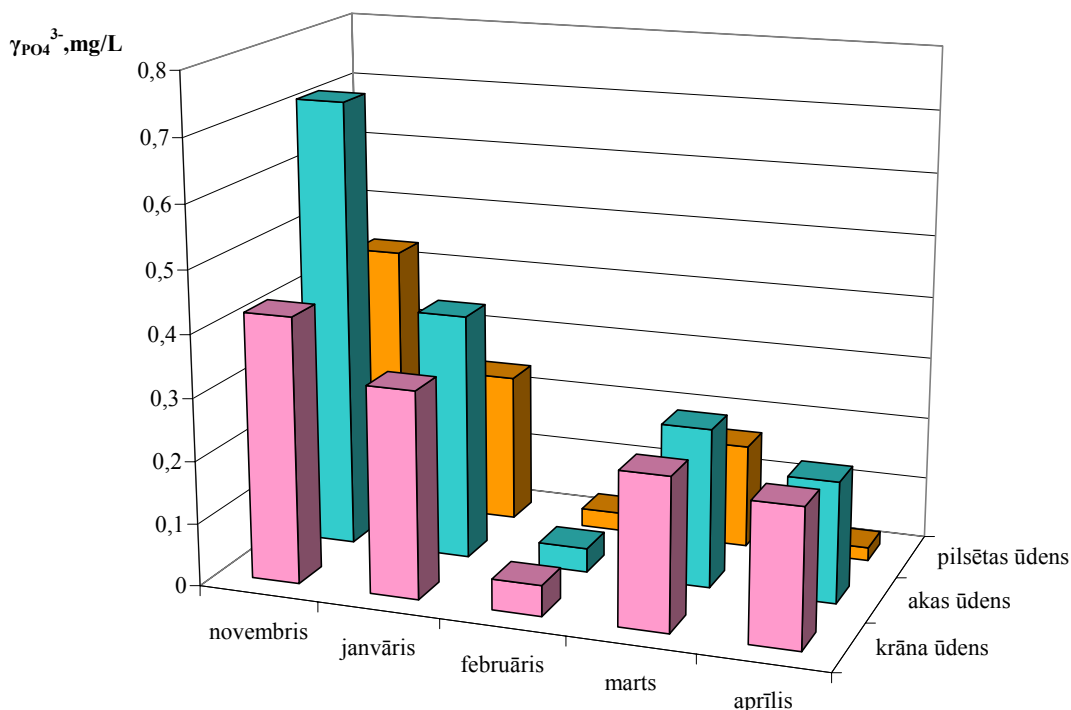
3.5. att. Dzelzs saturs izmaiņas dzeramā ūdenī paraugos

Virszemes ūdeņu ietekme uz sulfātjonu saturu. Maksimāli pieļaujamā sulfātjonu koncentrācija dzeramajā ūdenī ir 250 mg/L [34]. Neviens no pārbaudītajiem ūdens paraugiem šī norma netiek pārsniegta. Augsts sulfātjonu daudzums var radīt kodīgu smaku, nepatīkamu garšu, kā arī izraisīt diareju. Vislielākais sulfātjonu saturs dzeramajā ūdenī ir novembra mēnesī un janvārī, savukārt februārī, martā un aprīlī tas samazinās 4 – 5 reizes. Privātmājas dzeramā ūdens sulfātjonu saturu ietekmē virszemes ūdeņi, jo dzeramā ūdens, avota un dīķa pils priekšā un purva ūdeņos sulfātjonu saturs daudz neatšķiras.



3.6. att. Sulfātjonu saturs

Fosfātjonu saturs. Fosfātjonu daudzumu dzeramajā ūdenī nenormē un šo jonu klātbūtne norāda uz piesārņojumu. Ūdenim, kuru izmanto dzeramā ūdens ieguvei, fosfātjonu robežkoncentrācija ir 0,18 mg/L [34]. Fosfātjonu daudzums pārbaudītajos dzeramā ūdens paraugos ir mainīgs. Novembrī augsto rezultātu var skaidrot ar to, ka ar lietus ūdeņiem dzeramajā ūdenī var nonākt fosfāti (sevišķi tas attiecas uz akas ūdeni). Savukārt, februārī uzrādītais zema daudzums liek secināt, ka ilgstošā ziema ar lielo salu kavē piesārņojuma nokļuvi dzeramā ūdens krātuvēs. Grafiks attēlots 3.7. att..



3.7. att. Fosfātjonu satura izmaiņas pusgada garumā

Rentgenfluorescencē iegūtie dati. Trīs 250 mL vārglāzēs (iepriekš nosvērtās) katrā iemēra 200 mL krāna ūdens un karsē 80°C žāvskapī līdz viss ūdens ir iztvaikojis. Vārglāzes nosver. Ar skalpeli rūpīgi nokasa visu sauso atlikumu no vārglāzēm, savāc un nosver. Paraugi vispirms tiek pārbaudīti ar rentgenfluorescenci. Iegūtie dati visiem trim paraugiem ir vienādi, bet neprecīzi, jo sausā atlikuma ir ļoti maz. Vienu no paraugiem pārbauda ar rentgendifraktometriju metodi. Ar šo metodi nosaka precīzāku sausajā atlikumā esošo savienojumu klātbūtni. Visus paraugus apvieno un no tiem izveido tableti, lai uzlabotu noteikšanas precizitāti savienojumu procentuālajam sastāvam.

Kad krāna ūdens paraugus karsē līdz sausajam atlikumam, tad kalcijs karbonātā esošā ogļskābā gāze un arī magnija sulfāta heksahidrātā esošais ūdens iztvaiko. Veic aprēķinus, lai noteiktu, cik CO₂ un H₂O ir iztvaikojuši- 23,59%.

Rentgenfluorencē noteiktais sausā atlikuma sastāvs procentos

Savienojums	CaO	O	MgO	SO ₃	Cl	SiO ₂
Daudzums %	46,36	25,82	15,71	7,23	4,26	2,30
Savienojums	Na ₂ O	K ₂ O	BaO	Fe ₂ O ₃	Al ₂ O ₃	SrO
Daudzums %	2,08	0,59	0,31	0,12	0,09	0,05

Pēc rentgenfluorencē noteiktā sausā atlikuma procentuālā sastāva var aprēķināt dzelzs, hlorīdjonu, kopējo kalcija un magnija koncentrāciju. Aprēķinu formula ir šāda:

$$\gamma_{Fe} = \frac{m_{tabl.} \cdot M_{Fe} \cdot w\%_{Fe_2O_3}}{w\%_{tabl.} \cdot M_{Fe_2O_3}} \cdot \frac{1000}{600} \cdot 10^3 =$$

$$= \frac{0,1947 \cdot 55,85 \cdot 0,12}{100 \cdot 159,69} \cdot \frac{1000}{600} \cdot 10^3 = 0,136 \text{ mg/L}$$

$$\gamma_{Cl^-} = \frac{m_{tabl.} \cdot w\%_{Cl}}{w\%_{tabl.}} \cdot \frac{1000}{600} \cdot 10^3 =$$

$$= \frac{0,1947 \cdot 4,26}{100} \cdot \frac{1000}{600} \cdot 10^3 = 13,82 \text{ mg/L}$$

$$c_{Ca} = \frac{m_{tabl.} \cdot w\%_{Ca}}{w\%_{tabl.} \cdot M_{Ca}} = \frac{0,1947 \cdot 46,36}{100 \cdot 40,08} \cdot \frac{1000}{600} \cdot 10^3 = 2,67 \text{ mmol/L}$$

Pēc tādas pašas formulas, kā aprēķina kalcija jonu koncentrāciju, aprēķina arī magnija koncentrāciju, kuras pēc tam skaita kopā, jo jāaprēķina ūdens kopējā cietība. Magnija jonu koncentrācija ir 1,26 mmol/L. Kopējā cietība ir 3,93 mmol/L.

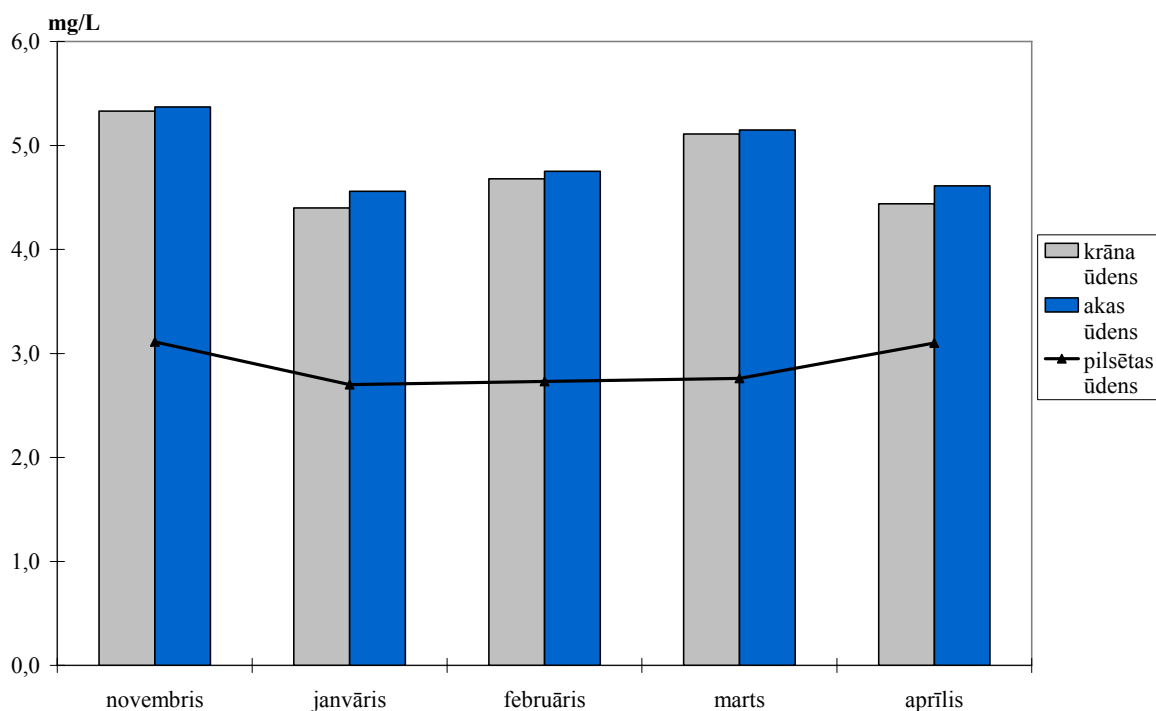
Ar šo metodi iegūtie dati ir vērtējami kā puskvantitatīvi, jo, kā redzams 3.3. tabulā, relatīvās kļūdas ir lielas. Tik liela kļūda var rasties tādēļ, ka mērījumus veic ar maziem vielas daudzumiem. Rezultāti tiek iegūti kā ļoti mazi skaitļi un pat pavisam niecīgi vielas zudumi rada lielas relatīvās kļūdas.

3.3. tabula

Metožu salīdzinājums

Metode	γ_{Fe} , mg/L	γ_{Cl^-} , mg/L	cietība, mmol/L
Fotometrija	0,11±0,01	-	-
Titrimetrija	-	16,6±0,5	4,14±0,02
Rentgenfluorecence	0,14	13,8	3,93
u _r %	12	17	5

Katru mēnesi nosaka dzeramā ūdens sauso atlikumu ietvaicējot 100 mL parauga. Iegūtos rezultātus var aplūkot 3.8. attēlā.



3.8. att. Dzeramā ūdens sausais atlikums

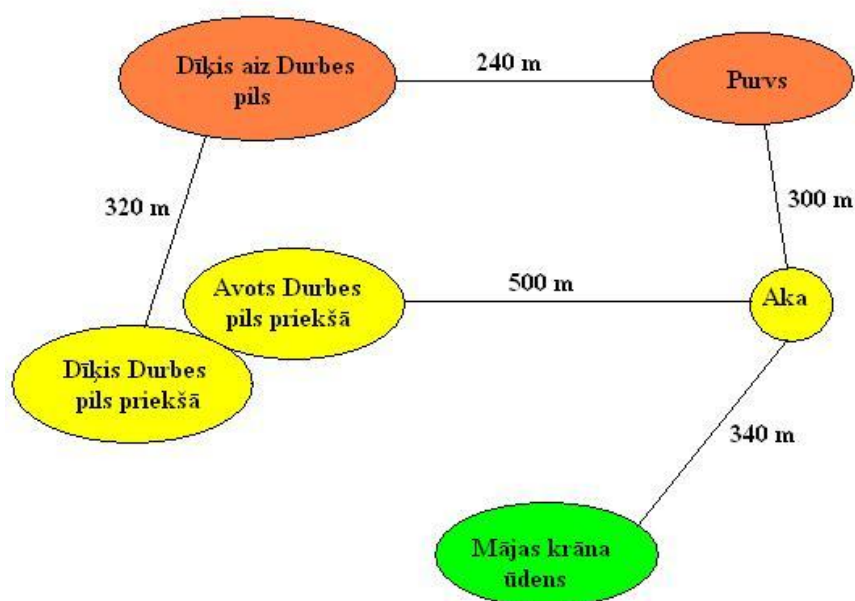
3.4. tabula

Dzeramā ūdens ķīmiskie parametri

Parametrs	MPK	Privātmājas aka	Privātmājas krāns	Pilsētas ūdens
Izšķīdušais O ₂ , mg/L	>4 - 5	11±2	10±1	8±1
ĶSP, mg/L	5	1,0±0,2	1,0±0,2	0,6±0,2
c, mmol/L	-	4,0±0,3	4,0±0,2	2,4±0,1
γ _{Cl⁻} , mg/L	250	60±5	59±4	25±8
γ _{Fe} , mg/L	0,2	0,06±0,02	0,04±0,01	0,06±0,01
γ _{SO₄} , mg/L	250	29±2	27±2	41±2
γ _{PO₄} , mg/L	-	0,3	0,3	0,2
Sausais atlikums, mg/L	<50	4,8±0,4	4,9±0,4	2,9±0,2

3.2. Virszemes ūdens paraugi

Durbes mikrorajons atrodas tādā kā ieplakā attiecībā pret Tukuma pilsētas centru un Jauntukuma mikrorajonu. Ņemto ūdens paraugu ģeogrāfiskais izvietojums un attālumi vienam no otra. Attiecīgi iedalījums krāsās zaļš – ieplakā, dzeltens – augstāk, oranžs – paugurā. Tā kā aka, kuras ūdeni lieto privātmājā, atrodas paugura pakājē, tad pastāv iespēja, ka blakus esošie virszemes ūdeņi ietekmē akas ūdens kvalitāti.



3.9. att. Paraugu shematisks izvietojums

Virszemes ūdens paraugiem nosaka tos pašus parametrus, ko dzeramajam ūdenim, tikai paraugus ņem novembrī un aprīlī. Iegūtie rezultāti apkopoti 3.4. tabulā.

3.5. tabula

Noteiktie raksturlielumi dažādiem virszemes ūdens paraugiem

Nosaka	Paugaus	4.	5.	6.	7.
		avots pils priekšā	dīķis pils priekšā	dīķis aiz pils	purvs
Izšķīdušais O ₂ , mg/L	novembris	10,8±0,1	12,9±0,2	13,1±0,1	0
	aprīlis	6,3±0,2	14,3±0,1	11,4±0,1	8,1±0,1
ĶSP, mg/L	novembris	2,3±0,1	3,5±0,1	6,9±0,1	6,7±0,1
	aprīlis	2,0±0,1	2,9±0,1	10,0±0,1	10,3±0,1
Cietība, mmol/L	novembris	4,18±0,01	3,68±0,02	1,93±0,06	1,58±0,04
	aprīlis	4,00±0,01	3,61±0,01	1,96±0,02	1,06±0,01
Hlorīdi, mg/L	novembris	21,8±0,5	21,8±0,5	28,9±0,2	9,0±0,5
	aprīlis	130,5±0,8	163,9±0,4	140,6±0,8	72,4±0,4
Dzelzs, mg/L	novembris	1,01±0,02	0,06±0,01	0,16±0,06	0,89±0,06
	aprīlis	0,59±0,05	0,05±0,01	0,09±0,03	0,74±0,06
Sulfāti, mg/L	novembris	53,5±0,2	48,2±0,6	24,9±0,6	50,3±0,3
	aprīlis	10,4±0,1	10,2±0,1	7,7±0,7	6,8±0,1
Fosfāti, mg/L	novembris	0,6±0,2	0,58±0,02	0,34±0,03	2,35±0,07
	aprīlis	0,07±0,01	0,09±0,01	0,24±0,04	0,28±0,07

Ūdenī izšķīdušais skābeklis. Rudenī ņemtajos ūdens paraugos izšķīdušā skābekļa daudzums stipri atšķiras tikai purva ūdenim. To varētu izskaidrot ar to, ka vēlā rudenī ūdens ir pilns ar dažādiem mikroorganismiem, tādēļ skābeklis, kas bija izšķīdis ūdenī tika patērēts dzīvības procesu nodrošināšanai. Savukārt, vēlā pavasara iestāšanās kavē mikroorganismu attīstību un atrašanos ūdens paraugā. Var uzskatīt, ka pārbaudītos ūdeņus var izmantot augstvērtīgu zivju sugu uzturēšanai.

Ķīmiskais skābekļa patēriņš. Pils priekšā esošā avota un dīķa ĶSP vērtība atbilst dzeramā ūdens kontrolrādītājiem, kas liecina par to, ka ūdeņi ir tīri. Savukārt, dīķis, kas atrodas aiz Durbes pils, un purvs satur daudz organisko un neorganisko reducētāju – rudenī ĶSP vērtība ir mazāka nekā pavasarī, ko varētu skaidrot ar piesārņojuma ienešanu ūdenstilpnēs ar atkušņu ūdeņiem.

Cietība. Krasi atšķiras ūdens cietības iedalījums virszemes ūdeņu paraugiem, jo dīķim aiz pils un purvam ir vidēji ciets ūdens, bet dīķim pils priekšā un avota ūdenim pils priekšā ir ciets ūdens. Likumsakarīgi, ka paraugu novietojums ir atbilstoši paugurā un paugura pakājē.

Hlorīdi. Rudenī visos ūdens paraugos hlorīdjonu saturs ir zems, bet pavasarī tas palielinās apmēram 4 reizes, kas varētu liecināt par piesārņojumu. 3 ūdens paraugu hlorīdjonu saturs pārsniedz 100 mg/L robežu, kad var sajust sāļu garšu, bet dzeramā ūdens robežvērtība netiek pārsniegta.

Dzelzs jonu saturs. Vislielākais dzelzs jonu daudzums, pārsniedzot dzeramā ūdens robežkoncentrāciju, atrodams purva ūdenī attiecīgi vairāk rudenī, nedaudz mazāk pavasarī. Vēl salīdzinoši daudz dzelzs atrodama avota pils priekšā ūdenī, kas arī pārsniedz 0,2 mg/L. vismazāk dzelzs ir abos dīķos.

Fosfātjonu saturs. Pārbaudītajiem virszemes ūdeņiem fosfātjonu koncentrācija novembrī ir krietni lielāka nekā aprīlī. Šo var izskaidrot ar to, ka, piemēram, tikko nokūstot sniegam lauksaimniecībā izmantojamo zemi vēl nemēslo, bet rudenī lietus ūdeņi pāri palikušo mēslojumu izskalo. Lai no virszemes ūdens varētu iegūt dzeramo ūdeni, tad fosfātjonu koncentrācijai nevajadzētu būt lielākai par 0,18 mg/L. Apskatot iegūtos rezultātus, jāsecina, ka rudenī visiem un pavasarī – vienīgi paugurā esošajiem paraugiem ūdens būtu daudz rūpīgāk jāattīra, lai tos varētu izmantot kā dzeramā ūdens ieguves avotu.

SECINĀJUMI

1. Privātmājas dzeramajā ūdenī no akas ir lielāka izšķīdušā skābekļa koncentrācija salīdzinot ar pilsētas ūdeni, kas ņemts no dziļāka urbuma, kur ir apgrūtināta skābekļa piekļuve.
2. Organisko vielu saturs akas ūdenī lielāks nekā pilsētas dzeramajā ūdenī, jo akas ūdens netiek speciāli attīrīts.
3. Akas dzeramajam ūdenim cietība ir lielāka salīdzinot ar Tukuma pilsētas ūdeni, jo netiek lietots filtrs tās samazināšanai. Cietība nav atkarīga no laika apstākļu maiņas.
4. Akas dzeramajam ūdenim nav nepieciešams lietot atdzelžošanas iekārtas, jo dzelzs saturs ir apmēram 4 reizes mazāks nekā noteiktā maksimāli pieļaujamā koncentrācija.
5. Akas ūdens ir pakļauts piesārņojuma riskam, jo aka ir 1,7 m dziļa un ūdens ir izfiltrējies tikai caur virsējiem slāņiem.
6. Hlorīdjonu daudzuma lielais pieaugums akas dzeramajā ūdenī februāra mēnesī un pilsētas ūdenī aprīļa mēnesī skaidrojams ar to, ka ir atšķirīgi ūdens ņemšanas vietu dziļumi – akas ūdeni vairāk ietekmē virszemes ūdeņu ķīmiskā sastāva izmaiņas.
7. Analizētajos virszemes ūdeņos sulfātjonu saturs ir tāds pats, kā akas dzeramajā ūdenī, kas ļauj secināt, ka purvs, netālu esošais avots un dīķis pie Durbes pils ietekmē akas ūdens kvalitāti.
8. Palielinātā fosfātjonu koncentrācija rudenī ņemtajos dzeramā ūdens paraugos saistīta ar to, ka ar lietus ūdeņiem pazemes slāņos iespējams nonākt lauksaimniecībā izmantotajam mēslojumam.
9. Gan akas, gan Tukuma pilsētas dzeramais ūdens atbilst MK noteikumos Nr. 235 izvirzītajām prasībām, hlorīdjonu, sulfātjonu koncentrācija, dzelzs saturs un oksidējamība nepārsniedz maksimāli pieļautās koncentrācijas.

IZMANTOTĀ LITERATŪRA

1. Tukuma pilsētas attīstības programma. Pieejams internetā:
http://www2.tukums.lv/faili/att_pr_2005.pdf [Atsauce 01.05.2010.]
2. **Pastare S., Gigele R., Viksna A.** *Dzeramais ūdens*. LU Akadēmiskais apgāds, Rīga 2007, 199 lpp.
3. **Compton J., Ackerman L., Quinones A., Cosgrove B.** *Surface water sampling*. 2007, p.22. Pieejams internetā:
<http://www.epa.gov/Region4/sesd/fbqstp/Surfacewater-Sampling.pdf> [Atsauce 29.03.2010]
4. Lekciju materiāls. *Praktiskā analītiskā ķīmija, Ievadlekcija*.
5. *Dissolved oxygen and water quality*. Pieejams internetā:
<http://www.kywater.org/ww/ramp/rmdo2.htm> [Atsauce 29.03.2010]
6. **Makkaveev P.N.** *The features of the correlation between the pH values and the dissolved oxygen at the Chistaya Balka test area in the Northern Caspian sea*. Oceanology, 2009, vol. 49, N 4, pp.466-472.
7. Wilkes University, Center for environmental quality, environmental engineering and earth sciences. *What is dissolved oxygen*. Pieejams internetā: <http://www.water-research.net/Watershed/dissolvedoxygen.htm> [Atsauce 29.03.2010]
8. **Shan J., Mooney R., Windsor C.** *Optical dissolved oxygen technology outperforms traditional methods and gains ASTM acceptance*. Pieejams internetā:
<http://www.docstoc.com/docs/32239525/Optical-Dissolved-Oxygen-Technology-Outperforms-Traditional> [Atsauce 01.04.2010]
9. **Лурье Ю.Ю.** *Аналитическая химия промышленных сточных вод*. Химия, 1984, 448 с.
10. Brīvpieejas enciklopēdija Wikipedia. *Chemical oxygen demand*. Pieejams internetā:
http://en.wikipedia.org/wiki/Chemical_oxygen_demand [Atsauce 01.04.2010]
11. Environmental monitoring systems laboratory Office of reaserch and development U.S. environmental protection agency Cin Cinnati, Ohio. *The determination of chemical oxygen demand by semi-automated colorimetry*. Pieejams internetā:
[http://www.docstoc.com/docs/7842778/Determination-of-Chemical-Oxygen-Demand-by-Semi-Automated-Colorimetry-Revision-20-\(PDF\)](http://www.docstoc.com/docs/7842778/Determination-of-Chemical-Oxygen-Demand-by-Semi-Automated-Colorimetry-Revision-20-(PDF)) [Atsauce 04.04.2010.]

12. **Chen J., Zhang J., Xian Y., Ying X., Liu M., Jin L.** *Preparation of TiO₂ photocatalytic sensor for chemical oxygen demand determination in water reaserch.* Water reaserch, 2005, Vol. 39, Issue 7, p.1340-1346.
13. **Zhu L., Chen Y., Wu Y., Li X., Tang H.** *A surface-fluorinated-TiO₂-KMnO₄ photocatalytic system for determination of chemical oxygen demand.* Analytica Chimica Acta, 2006, Vol. 571, Issue 2, p.242- 247.
14. **Li C., Song G.** *Photocatalytic degradation of organic pollutants and detection of chemical oxygen demand by fluorescence methods.* Sensors and Acutators B: Chemical, 2009, Vol. 137, Issue 2, p. 432- 436.
15. **Hu Y., Yang Z.** *A simple chemiluminiscent method for determination of chemical oxygen demand values in water.* Talanta, 2004, Vol. 63, Issue 3, p. 521-526.
16. *Kentucky Water Watch.* Pieejams internetā:
<http://www.kywater.org/ww/ramp/rmhard.htm> [Atsauce 12.03.2010.]
17. **Lima R.A.C., Santos S.R.B., Costa R.S., Marccone G.P.S., Honorato R.S., Nascimento V.B., Araujo M.C.U.** *Hardness screening of water using a flow-batch photometric system.* 2004, Analytica Chimica Acta, Vol. 518, Issues 1-2, p.25-30.
18. *Milli-Q integral water purification system.* Pieejams internetā:
<http://www.millipore.com/catalogue/module/c72876> [Atsauce 02.04.2010.]
19. **Verissimo M.I.S., Oliveira J.A.B.P., Gomes M.T.S.R.** *Determination of the total hardness in tap water using acoustic wave sensors.* 2007, Sensors and Acutators B: Chemical, Vol. 127, Issue 1, p. 102-106.
20. **Gordon J.S., Harman S., Weiss K., Pettegrew B.** *A microscale spectrophotometric determination of water hardness.* 2001, Journal of Chemical Education, Vol. 78, N. 8, p. 1089.
21. *Practical investigations in chemistry.* Pieejams internetā:
<http://www.outreach.canterbury.ac.nz/chemistry/index.shtml> [Atsauce 02.04.2010.]
22. **Mortimer M., Müller J.F., Liess M.** *Handbook of water analysis.* 2nd ed., USA, Taylor and Francis group LLC, 2007, 760 lpp.
23. **Cao H., Wu D.H..** *Rapid and sensitive determination of trace chloride ion in drinks using resonanse light scattering technique.* 2008, Journal of Automated Methods and Management in Chemistry, Vol. 2008, p.5. Pieejams internetā:
<http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC2396213/> [Atsauce 01.04.2010.]
24. **Potuzak M.** *Potassium dichromate potentiometric titration of iron in natural magmas.* Pieejams internetā: <http://marc.potuzak.sweb.cz/titration.htm> [Atsauce 07.04.2010.]

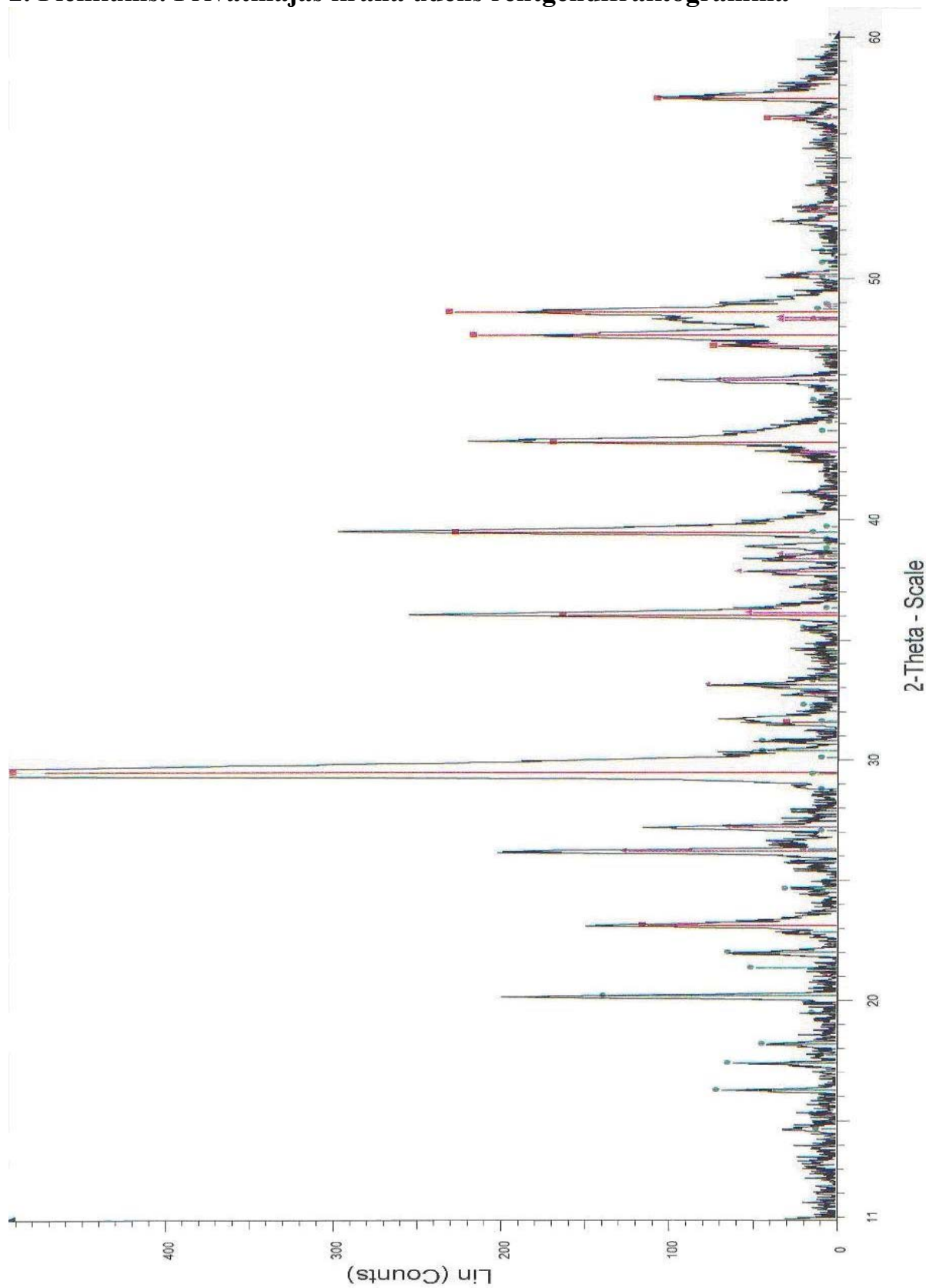
25. **Jansons E.** *Titrimetrijas un gravimetrijas praktikums*. Rīga, Latvijas Universitāte, 1998, 40 lpp.
26. **Osipovs S.** *Ūdens analīzes praktikums spektrofotometriskās metodes*. Daugavpils Universitāte, akadēmiskais apgāds „Saule”, 2006, 117 lpp.
27. **Fung Y.S., Wong C.C.W., Choy J.T.S., Sze K.L.** *Determination of sulphate in water by flow-injection analysis with electrode- separated piezoelectric quartz crystal sensor*. 2008, *Sensors and Actuators B: Chemical*, Vol. 130, Issue 1, p. 551-560.
28. Bollnäs pašvaldības pieaugušo izglītības kursi. Pieejams internetā:
<http://www.komvux.bollnas.se/vtv/vattenanalys/kommentarer.htm> [Atsauce 01.04.2010.]
29. **Gilbert L., Browning S., Jenkins A.T.A., Hart J.P.** *Studies towards an amperometric phosphate ion biosensor for urine and water analysis*. 2010, *Microchimica Acta*. Pieejams internetā:
<http://datubazes.lanet.lv:2086/content/t5186p6657382877/?p=13320bc5d44049ba99a522acede047f8&pi=2> [Atsauce 02.04.2010.]
30. **Settle F. A.** *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry*. Prentice-Hall, Inc., New Jersey, 1997, 726 p..
31. Brīvpieejas enciklopēdija Wikipedia. *X-ray fluorescence*. Pieejams internetā:
http://en.wikipedia.org/wiki/X-ray_fluorescence [Atsauce 13.12.2009]
32. **Patnaik P.** *Dean`s analytical chemistry handbook*. 2nd edition, McGraw-Hill, New York, 2004, 1280 p.
33. *Atļauja piesārņojošai darbībai*. Pieejams internetā:
<http://old.vpvp.gov.lv/ippc/atlauja/B8/TukumaUdens.pdf> [Atsauce 06.04.2010.]
34. MK noteikumi Nr.235 "Dzeramā ūdens obligātās nekaitīguma un kvalitātes prasības, monitoringa un kontroles kārtība" ("LV", 81 (2846), 30.05.2003.) [Spēkā ar 31.05.2003.] Pieejams internetā: www.likumi.lv [Atsauce 06.04.2010.]
35. *Water test*. Pieejams internetā: <http://www.watertestinc.com/contaminants.html> [Atsauce 02.04.2010.]

PIELIKUMS

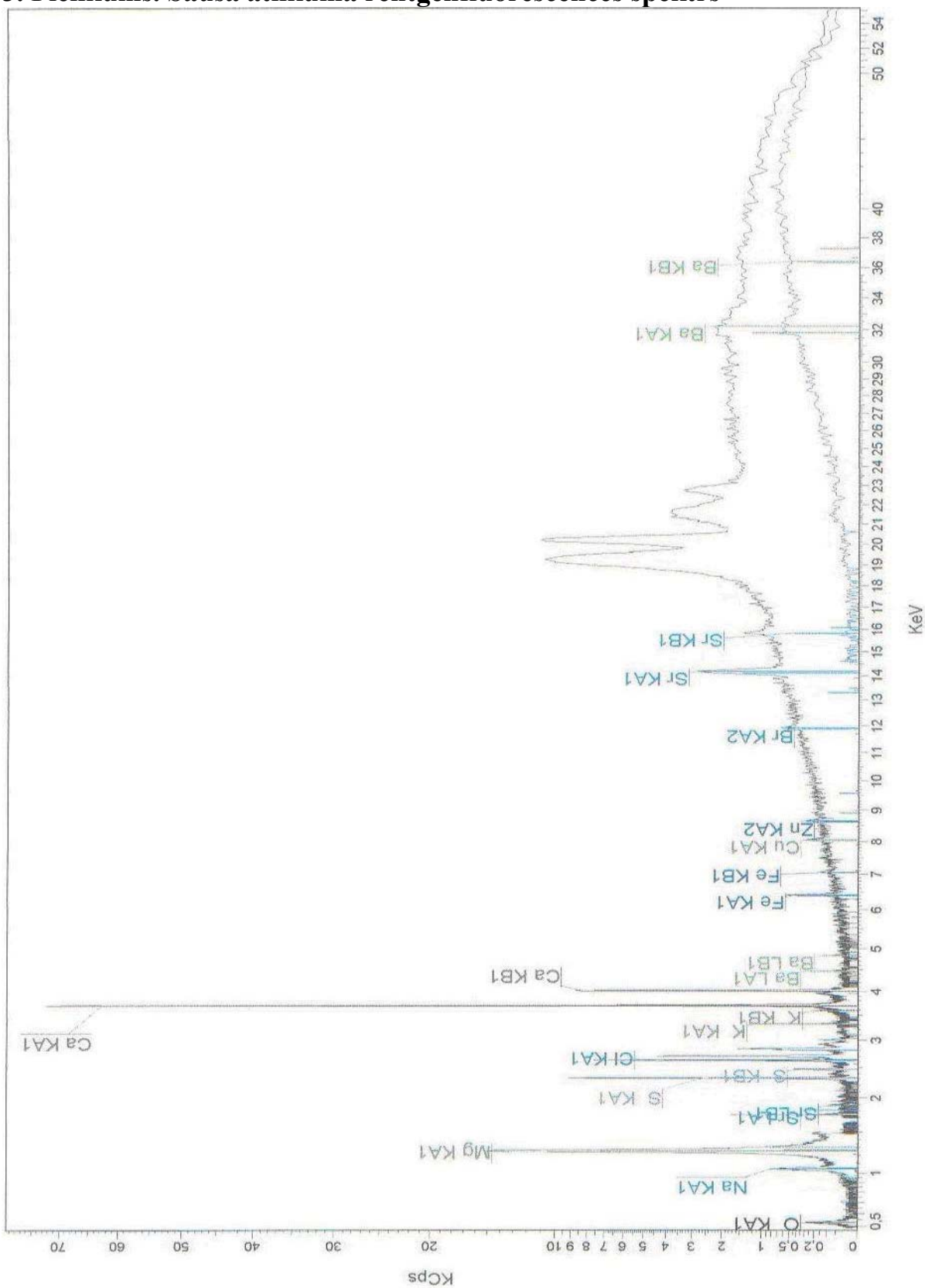
1. Pielikums. Riska un drošības frāzes

- 8 – saskarē ar uzliesmojošiem materiāliem var izraisīt uguni
- 14 – agresīvi reaģē ar ūdeni
- 22 – kaitīgs, ja tiek norīts
- 23 – toksisks ieelpojot
- 33 – kumulatīvu efektu bīstamība
- 34 – izraisa apdegumus
- 40 – ierobežoti kancerogenitātes pierādījumi
- 45 – var izraisīt vēzi
- 46 – var izraisīt pārmantojamu ģenētisku bojājumu
- 49 – ieelpojot var izraisīt vēzi
- 61 – var kaitēt nedzimušam bērnam
- 63 – iespējams risks nedzimušam bērnam
- 10/34 – uzliesmojošs, var izraisīt apdegumus
- 20/21/22 – bīstams ieelpojot, kontaktā ar ādu un ja tiek norīts
- 21/22 – kaitīgs nonākot kontaktā ar ādu vai norijot
- 23/24/25 – toksisks ieelpojot, kontaktā ar ādu un ja tiek norīts
- 24/25 – toksisks kontaktā ar ādu un ja tiek norīts
- 26/27/28 – ļoti toksisks ieelpojot, nonākot kontaktā ar ādu un ja tiek norīts
- 36/37/38 – kairinošs acīm, elpceļiem un ādai
- 36/38 – kairinošs acīm un ādai
- 42/43 – ieelpojot vai nonākot kontaktā ar ādu var izraisīt sensibilizāciju
- 50/53 – ļoti toksisks ūdens organismiem, var izraisīt nelabvēlīgu ilgtermiņa ietekmi uz ūdens vidi
- 51/53 – toksisks ūdens organismiem, var izraisīt nelabvēlīgu ilgtermiņa ietekmi uz ūdens vidi
- 13 – neturēt ēdiena, dzeramā ūdens un dzīvnieku barotavu tuvumā
- 17 – sargāt no uzliesmojošiem materiāliem
- 22 – neieelpot putekļus
- 23 – neieelpot gāzi/putas/garaiņus/aerosolu (piemērots formulējums, ko nosaka ražotājs)
- 26 – ja nonāk kontaktā ar acīm, nekavējoties skalot ar lielu ūdens daudzumu un meklēt medicīnisku palīdzību
- 27 – bojāto apģērbu tūlīt pat novilkt
- 28 – nonākot kontaktā ar ādu, nekavējoties nomazgāt ar lielu daudzumu ... (ražotāja norādīts)
- 30 – nekad nepievienot ūdeni šim produktam
- 36 – lietot piemērotu aizsargapģērbu
- 45 – ja noticis negadījums, vai jūtaties slikti, meklējiet medicīnisko palīdzību nekavējoties (ja iespējams) uzrādiet etiķeti
- 53 – izvairīties no riska - iegūt speciālu instrukciju pirms lietošanas
- 60 – materiāls un tā trauks jāiznīcina kā bīstami atkritumi
- 61 – izvairīties no atbrīvošanas vidē.
- 36/37 – lietot atbilstošu aizsargtērpu un cimdus
- 36/37/39 – lietot atbilstošu aizsargtērpu, cimdus un brilles
- 37/39 – lietot atbilstošus cimdus un brilles

2. Pielikums. Privātmājas krāna ūdens rentgendifraktogramma



3. Pielikums. Sausā atlikuma rentgenfluorescences spektrs



Apliecinājums

Ar šo es apliecinu, ka šodien iesniegto bakalaura darbu es esmu veikusi pati, esmu izmantojusi tikai tajā norādītos informācijas avotus un iesniegtā darba elektroniskā kopija atbilst izdrukai.

Rīga, 25.05.2010.

Paraksts:

Bakalaura darbs izstrādāts

LU Ķīmijas fakultātē

Autors

Ķīmijas

fakultātes studente

Madara Babrovska

St. apl. Nr. mb07061

.....

2010. g. 25. maijā.

Darba vadītāja

Ķīm. maģ. lekt. Zenta Balcerbule

.....

LU Ķīmijas fakultāte

Recenzents

Vad. pētnieks Andris Alfrēds Spricis

.....

Darbs iesniegts Ķīmijas fakultātē

2010. g. 25. maijā.

Pieņēma sekretāre.

Aizstāvēts ķīmijas bakalaura pārbaudījuma komisijas sēdē

2010.g. ar atzīmi.

Protokols Nr. _____

Bakalaura pārbaudījumu

.....

komisijas sekretāre

Ķīm. maģ. lekt. Zenta Balcerbule