

Міністерство освіти і науки України

Полтавський національний технічний університет
імені Юрія Кондратюка

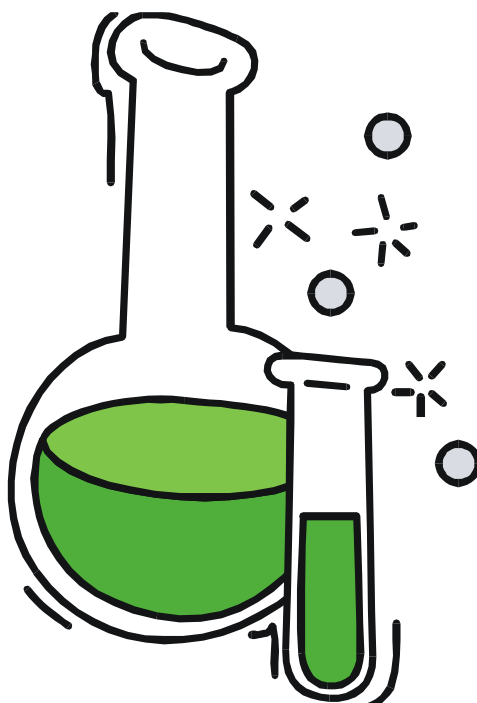
Кафедра хімії

Н.В. Бунякіна, Д.О. Стороженко, О.Г. Дрючко

ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ ІЗ САНІТАРНО-ХІМІЧНОГО АНАЛІЗУ

для студентів напрямку підготовки 101 „Екологія”

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК



Полтава 2015

Лабораторний практикум із санітарно-хімічного аналізу для студентів напрямку підготовки 101 „Екологія”: навчальний посібник. – Полтава: ПолтНТУ, 2015. – 51 с.

Укладачі: Н. В. Бунякіна, Д.О. Стороженко, О.Г. Дрючко – кандидати хімічних наук, доценти

Відповідальний за випуск: завідувач кафедри хімії Д.О. Стороженко – канд. хім. наук, доцент

Рецензенти:

Н.Б. Сененко – кандидат фізико-математичних наук, доцент кафедри хімії;
О.Е. Ілляш – кандидат технічних наук, доцент кафедри прикладної екології та природокористування

**Затверджено науково-методичною
радою університету
протокол № 4 від 22.12.2015 р.**

У навчальному посібникові викладено основні правила в хімічній лабораторії, зокрема загальний порядок роботи, правила техніки безпеки, перша допомога при опіках і отруєннях; з'ясовано питання про хімічний склад та аналіз об'єктів природного середовища: повітря, ґрунтів, природної води; запропоновано 6 лабораторних робіт, додатки й таблиці.

Призначено для студентів, які вивчають екологію.

ПЕРЕДМОВА

Хімічний склад об'єктів природного середовища характеризується великою кількістю неорганічних і органічних речовин як природного, так і техногенного походження.

Основним джерелом інформації про стан об'єктів довкілля є аналіз, тому особливого значення набуває правильність визначення великої кількості хімічних речовин, котрі містяться в цих об'єктах. Багато з цих речовин мають природне походження, вони завжди наявні у природних екосистемах та є необхідними для їх нормального функціонування. В той же час дуже велика кількість неорганічних і органічних сполук надходить до навколишнього середовища внаслідок дії антропогенного фактора. Такі сполуки у більшості випадків мають токсичні властивості, та їх необхідно визначати на рівні дуже низьких, гранично допустимих концентрацій.

Наявність у водах, ґрунтах і в повітрі забруднюючих речовин має багато особливостей. Їх уміст змінюється в часі та просторі під дією фізико-географічних, хімічних, біологічних і значною мірою антропогенних факторів. Це зумовлює чимало труднощів на різних стадіях проведення еколого-аналітичного контролю за вмістом різноманітних інгредієнтів природного й антропогенного походження, враховуючи етапи відбору проб, їх консервування і пробопідготовки, концентрування мікродомішок, усунення речовин, що заважають аналізу, тощо.

До того ж, багатокомпонентний хімічний склад природних екосистем потребує ретельного вибору найбільш ефективних методів аналізу та високої майстерності виконання аналітичних досліджень. Їх результати є основою для науково обґрунтованого вжиття технічних чи біологічних заходів, спрямованих на збереження або відтворення нормального екологічного стану.

Зважаючи на це, питання еколого-аналітичного контролю за станом об'єктів навколишнього середовища з метою вжиття належних природоохоронних заходів набуває в наш час особливого значення і гостроти. Для забезпечення належної якості екологічного контролю (моніторингу) необхідна спеціальна підготовка кадрів еколого-аналітичного профілю, які повинні володіти не тільки глибокими знаннями з теорії та практики хімічного аналізу, а й мати також уявлення про особливості складу об'єктів довкілля. На це і спрямовано лабораторний практикум із санітарно-хімічного аналізу, у якому викладено основні характеристики хімічного складу найважливіших з екологічної точки зору природних об'єктів – повітря, ґрунтів та вод, і розглянуто деякі методи аналізу цих об'єктів з урахуванням особливостей їхнього хімічного складу.

1. ОСНОВНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ

1.1. Загальний порядок роботи

Сучасна лабораторія хімічного аналізу обладнана великою кількістю приладів та різноманітним обладнанням, починаючи з простих і закінчуючи складними електронними приладами. З усіма приладами, а також із їх призначенням та правилами роботи слід ознайомитися заздалегідь, багато з них вимагають ґрунтовного вивчення й практичних навичок роботи.

При виконанні будь-якої хіміко-аналітичної роботи на робочому місці та в приміщенні лабораторії потрібно дотримуватися чистоти. Чистота – це одна з умов одержання правильних результатів аналізу. Іноді навіть незначні забруднення реактиву чи його розчину, допущені при попаданні зі столу в посуд, який використовується у роботі, можуть різко змінити результат.

Перед виконанням будь-якого аналізу необхідно спочатку ознайомитися з методикою його виконання, з'ясувати, на якому хімічному перетворенні вона ґрунтується і яка має бути послідовність виконання операцій. Потім слід приготувати все, що потрібне для її виконання, – посуд, реактиви, прилади, розчини тощо, після чого братися до проведення аналізу. Нічого зайвого в цей час не повинно знаходитися на столі.

Розміщувати обладнання та прилади на робочому місці треба так, щоб ними було зручно користуватися. Всі матеріали, реактиви і розчини слід витратити економно. Працювати треба точно, охайно й швидко, але без метушні та поспіху, дотримуючись правил техніки безпеки.

У процесі роботи потрібно стежити за чистотою на своєму робочому місці. За станом робочого місця можна безпомилково зробити висновок про працюючого: чим охайніше його робоче місце, тим більшої довіри заслуговують результати його роботи.

Важливо раціонально використовувати робочий час. Якщо дослідження або дослід чомусь затримуються, слід почати інше дослідження чи підготовку до нової роботи. Але раціонально використовувати час не означає поспішати, оскільки це може призвести до ще більших витрат часу.

Доцільно дотримуватися правила: **коли зроблена якась помилка або втрачена частина досліджуваної речовини, роботу треба негайно припинити і почати її спочатку.**

Робота в лабораторії вимагає тиші. Будь-який шум, гучні розмови, котрі не стосуються роботи, відволікають увагу працюючого і можуть спричинити помилку, особливо при обчисленнях. Тому завжди слід вимагати, щоб у лабораторії було тихо.

Кожен працюючий у лабораторії повинен мати халат. У хімічній лабораторії рекомендується мати білі халати. Крім цього, кожному треба мати два рушники: один для постійного користування, другий – виключно для чистих робіт, наприклад для витирання вимитих бюксів, піпеток, колб.

У роботі з реактивами слід додержуватися таких правил:

1. Із метою економії реактивів готувати розчини потрібно в такій кількості, яка потрібна для роботи.

2. При зберіганні тверді реактиви можуть злежатися у грудки. Тому спочатку відкривають посудину й розпушують верхній шар за допомогою фарфорового шпателя або скляної палички. Металевий шпатель використовувати не можна.

3. Якщо реактив висипався на стіл чи підлогу, його не повертають знову в той посуд, де він зберігався, щоб запобігти забрудненню всього реактиву.

4. Потрібно стежити, щоб на всьому посуді з реактивами були етикетки з позначенням, що там знаходиться. Якщо такої етикетки немає, реактив використовувати не можна.

5. При зважуванні сухих реактивів не можна висипати їх прямо на чашку вагів, бо при цьому можуть зіпсуватися ваги.

6. Реактиви, які змінюються під дією світла, зберігають у посуді з темного скла.

7. Не слід плутати пробки від посуду, котрий містить різні реактиви: кожна посудина повинна мати свою пробку.

8. На стіл пробку кладуть догори тією частиною, яка знаходиться в середині посудини. Якщо пробку не можна так покласти, то її кладуть на шматочок фільтрувального паперу.

Після виконання роботи все прибирають на свої місця: посуд у стіл, прилади закривають чохлами. Перед виходом із лабораторії необхідно перевірити, чи вимкнені електричні прилади, чи закриті газові й водопровідні крани.

Для проведення лабораторних робіт кожному студентові відводиться певне місце у лабораторії, яке для нього є постійним на час проходження всього практикуму.

1.2. Правила техніки безпеки

При точному додержанні правил техніки безпеки робота у хімічній лабораторії безпечна. Однак кожен працюючий у лабораторії повинен уважно ознайомитися з ними і виконувати у подальшій роботі.

1. Працювати одному в лабораторії категорично забороняється!

2. Нагрівання скляного посуду слід проводити дуже обережно й по-

ступово. Перед нагріванням необхідно насухо витерти посуд із зовнішньої сторони.

3. Не треба схилитися над посудом, у якому відбувається реакція або який нагрівається. Не можна також дивитися у його відкритий отвір.

4. Перед нагріванням фільтрати потрібно перемішати, оскільки верхній і нижній його шари мають різну густину (верхній шар – промивна рідина, нижній – саме фільтрат). Унаслідок місцевого перегрівання рідина може раптово закипіти, що призведе до її розбризкування чи викиду.

5. При перенесенні посуду з гарячою рідиною слід тримати його обома руками, не притуляючи до себе. На одну руку необхідно надіти гумові тримачі, а другою рукою підтримувати дно посуду, під яке підкладено ганчірку чи рушник.

6. Розлиту на стіл рідину, особливо кислоти і луги, треба відразу ж прибрати, а стіл добре вимити.

7. При розведенні концентрованих кислот і лугів слід доливати їх тонким струменем у холодну воду й при цьому добре розмішувати суміш.

8. Кислоти та луги нейтралізують тільки після їх розведення.

9. Не можна затягувати їдкі рідини у піпетку ротом. Для цього необхідно користуватися гумовою грушею.

10. Відкривати посуд із їдкими рідинами потрібно дуже обережно, щоб не пошкодити тару. При відкриванні пробки горло посудини слід тримати у напрямку “від себе”.

11. Усі роботи, в результаті яких може виділитися отруйний газ, проводять у витяжній шафі. Перед цим обов’язково перевіряють тягу.

12. Легкозаймисті рідини (ефіри, спирти, ацетон, бензол та ін.) необхідно зберігати у прохолодному й темному місці.

13. Речовини, що легко розкладаються й вибухають, зберігають у незначних кількостях, захищаючи їх від вологи і світла, а також від забруднення пилом.

14. У кожному приміщенні потрібно мати протипожежні засоби: ящик із піском та совок для засипання, вогнегасники, листовий азбест, щільне покривало. Вогнегасники через певний час обов’язково перевіряють і перезаряджають.

15. Забороняється зберігати в робочих приміщеннях горючі (вогне-небезпечні) речовини в кількості, більшій, ніж 1 кг їх кожної назви. Загальна їх кількість не повинна перевищувати 3 – 4 кг. До вогнебезпечних речовин належать діетиловий ефір, етиловий і аміловий спирти, бензол,

бензин, ацетон й ін.

16. Вогнебезпечні речовини, які знаходяться безпосередньо у лабораторії, зберігають у спеціальній залізній шафі.

17. Під час роботи з вогнебезпечними речовинами забороняється в приміщенні мати відкрите полум'я і запалювати сірники. Для їх нагрівання використовують електронагрівачі закритого типу.

18. При загоранні вогнебезпечних речовин у посуді його швидко, але обережно (щоб не перекинути) щільно накривають скляним, фарфоровим чи металевим предметом або мокрим рушником, після чого вогонь звичайно швидко гасне.

19. Ніколи не слід задувати полум'я.

20. Якщо рідина, котра горить, розлита по столу чи підлозі, то її засипають сухим піском.

21. Якщо речовина не розчиняється у воді (бензин, скипидар, ефір), то її не можна гасити водою. Розчинні у воді речовини (спирт, ацетон) можна гасити водою.

22. Забороняється кидати у раковину шматочки фільтрувального паперу, скла, металів, зливати кислоти, луги, ефіри, в'язкі рідини. Їх уміщують у посудину, вказану лаборантом або викладачем.

23. Необхідно стежити за станом газової мережі (муфти, крани, трубки) і не допускати її пошкодження.

24. Якщо у приміщенні відчувається запах газу, то потрібно провітрити приміщення, не запалюючи вогню й не вмикаючи електричної енергії (іскра може спричинити вибух).

25. При виявленні пошкоджень газопроводу не можна користуватися полум'ям, для цього слід застосовувати мильну піну.

26. У лабораторії забороняється пити воду та їсти.

27. Категорично забороняється куштувати реактиви.

28. Забороняється без дозволу викладача або лаборанта переносити прилади й реактиви з однієї лабораторії в іншу.

1.3. Перша допомога при опіках і отруєннях

1. При **термічних опіках** уражене місце необхідно промити розчином **KMnO₄** та замазати його емульсією від опіків.

2. При **опіках кислотами** спочатку добре промивають місце опіку водою, а потім – розчином **NaHCO₃**, при **опіках лугами** – 1%-им розчином **CH₃COOH**.

3. При **опіках шкіри їдкими органічними речовинами** уражене місце промивають етиловим спиртом.

4. При потраплянні на шкіру **фенолу** її промивають водою, а потім розведеним розчином аміаку.

5. При потраплянні в дихальні шляхи **хлору, бром**у спочатку потрібно подихати парою етилового спирту, а потім вийти на свіже повітря.

6. При потраплянні **лугу чи кислоти в очі** необхідно промити їх теплою водою, а потім 2%-им розчином **H₃BO₃** (щоб нейтралізувати луг) або 1%-им розчином **NaHCO₃** (щоб нейтралізувати кислоту).

2. ХІМІЧНИЙ СКЛАД ТА АНАЛІЗ ОБ'ЄКТІВ ПРИРОДНОГО СЕРЕДОВИЩА

2.1. Повітря

Хімічний склад чистого сухого повітря такий:

| | | |
|-----------------------|---------------------------|-------------------------------------|
| N₂ | 78,1 об. % | $9,76 \cdot 10^5$ мг/м ³ |
| O₂ | 20,9 об. % | $2,98 \cdot 10^5$ мг/м ³ |
| Ar | 0,93 об. % | $1,66 \cdot 10^4$ мг/м ³ |
| CO₂ | 0,03 об. % | $5,89 \cdot 10^2$ мг/м ³ |
| інертні гази | $10^{-3} - 10^{-6}$ об. % | 20 – 0,5 мг/м ³ |
| N₂O | $5 \cdot 10^{-5}$ об. % | 0,98 мг/м ³ |
| H₂ | $5 \cdot 10^{-5}$ об. % | 0,045 мг/м ³ |
| O₃ | $2 \cdot 10^{-6}$ об. % | 0,042 мг/м ³ |

На три основні гази **N₂**, **O₂**, **Ar** припадає 99,96% від маси атмосфери, а на інші – лише 0,04%.

У повітрі завжди наявні також у малих кількостях різні домішки газуватих речовин природного походження – вулканічні виділення з надр Землі (**SO₂**, **NH₃**, **HCl**, **H₂S**, **CO**, **HF** тощо) і сполуки біогенного походження (**CO₂**, **CH₄**, більш складні леткі органічні сполуки). Їхня концентрація у незабрудненому повітрі звичайно буває на рівні мкг/м³ (крім **CO₂**) і змінюється в дуже широких межах.

Технічний прогрес, розвиток різних галузей промисловості, транспорту, хімізація сільського господарства, будівництво міст зумовило появу в атмосферному повітрі сторонніх специфічних речовин антропогенного походження. За даними ВООЗ, найпоширеніші речовини, що забруднюють атмосферне повітря, поділяють на такі групи:

- 1) тверді частинки (попіл, пил, цинк оксид, силікати, станум хлорид);
- 2) сполуки сульфуру (**SO₂**, **H₂S**, меркаптани);
- 3) органічні речовини (альдегіди, вуглеводні, смоли);
- 4) сполуки нітрогену (**NO**, **NO₂**, **NH₃**);
- 5) сполуки кисню (**O₃**, **CO**, **CO₂**);
- 6) сполуки галогенів (**HF**, **HCl**);
- 7) радіоактивні сполуки (радіоактивні гази, аерозолі).

Для більшості з них установлені норми ГДК, які коливаються в широких межах – від 3 мг/м³ (**CO**) до 0,001 (**PH₃**) і значно менше.

Атмосферне повітря з домішками являє собою аеродисперсну систе-

му, в якій атмосферне повітря є дисперсійним середовищем, а домішки – дисперсною фазою. Аеродисперсні системи залежно від ступеня дисперсності домішок поділяють на три групи:

- 1) аерозолі з величиною частинок 0,001 – 0,1 мкм (дими з твердою фазою й тумани з рідкою фазою);
- 2) тонкі аеросупензії з розміром частинок 0,1 – 10 мкм (тонкий пил);
- 3) грубі аеросупензії з розміром частинок 10 – 100 мкм (грубий пил).

Основну питому вагу становлять частинки з розміром від 0,1 до 10 мкм. Частинки розміром менше ніж 1 мкм утворюються в атмосферному повітрі внаслідок конденсації, у той час як більші частинки – за рахунок подрібнення різних матеріалів або згорання.

Аерозолі перебувають у повітрі в динамічній рівновазі, й тривалість їх існування залежить від дисперсності частинок та інтенсивності турбулентних потоків повітря. Частинки розміром до 0,1 мкм характеризуються безладним переміщенням. Частинки понад 1 мкм, але менші за 20 мкм рухаються з потоком газоповітряної суміші. Частинки розміром понад 20 мкм швидко осідають, унаслідок чого перебувають у повітрі відносно недовго.

Аерозолі значною мірою є осередками конденсації атмосферної вологи. Найбільш забруднене аерозолями повітря – над сушею, особливо в промислових районах. Найчистішим за вмістом аерозолів є повітря високігорних районів.

В аерозолях міститься основна кількість хімічних речовин, котрі випадають на поверхню Землі з атмосферними опадами. Осадження атмосферних домішок призводить до накопичення їх у ґрунті та підвищення рівня забруднення поверхневих вод.

При відборі проб повітря слід ураховувати, що повітряне середовище дуже рухливе, а потрапляння забруднюючих речовин може відбуватися як монотонно, так і не монотонно, залежно від метеорологічних та топографічних факторів (напрямок і швидкість вітру, температурні інверсії, атмосферний тиск, вологість повітря, рельєф місцевості, відстань до джерела забруднення).

Лабораторна робота № 1 **Гравіметричний метод визначення зважених часток пилу** **в атмосферному повітрі**

Атмосферне повітря впливає на людину безперервно. Дихальною системою людини за добу затримується близько 6,5 г сторонніх речовин. У легенях відбувається контакт повітря з кров'ю, в якій розчиняються речо-

вини і розносяться по всьому організмові. Тому шкідливі речовини, котрі надходять через легені, діють у 100 разів сильніше, ніж ті, що потрапляють через органи травлення.

Людина ставить великі вимоги до складу повітря. Що чистіше повітря, то повніше засвоюється організмом кисень, активніше відбувається газообмін у тканинах. Забруднення атмосферного повітря промисловими викидами спричиняє підвищення захворюваності населення на бронхіт, астму, емфізему легенів, рак, хронічну пневмонію, алергію, появу рефлекторних реакцій, зумовлених пахучими речовинами.

Основним засобом відбору проб повітря є електроаспіратор. У наш час випускається велика кількість аспіраторів і портативних автономних пробовідбірників для відбору проб повітря робочої зони, атмосферного повітря та промислових викидів. Одним з них є аспіратор моделі 822.

Усі вузли аспілятора змонтовано на металевому шасі з панеллю. Шасі поміщено в металевий кожух. Для захисту панелі від пошкодження при транспортуванні й зберіганні аспіратор має кришку, що знімається.

На передній панелі аспілятора розміщено такі вузли (рис. 1): вхідна колодка **1** для приєднання до аспілятора електричного дроту; тумблер **3** для вмикання та вимикання аспілятора; гніздо запобіжника **2**; розвантажувальний клапан **4** для запобігання перевантаженню електродвигуна при відборі проб повітря з малою швидкістю та полегшення запускання аспілятора; штуцери **7** для приєднання гумових трубок з фільтрами або поглинальними приладами; ротаметри **5** (конусні скляні трубки з поплавками для визначення швидкості проходження повітря при відборі проби); ручки вентилів ротаметрів **6** для регулювання швидкості відбору проби.

Порядок роботи на аспіраторі наведено у **додатку А**.

Відбір проб проводять при пропусканні повітря з певною швидкістю крізь спеціальні фільтри або поглинальні прилади. Їх вибирають відповідно до санітарно-гігієнічних методик.

Забруднюючі речовини, котрі містяться в повітрі, проходячи крізь фільтр або поглинальний прилад, залишаються на фільтрі або у поглинальному розчині. Знаючи швидкість (витрату повітря) і час проходження повітря, визначають об'єм повітря, який пройшов через фільтр або поглинальний прилад.

Порядок роботи на аспіраторі наведено у **додатку А**.

Відбір проб проводять при пропусканні повітря з певною швидкістю крізь спеціальні фільтри або поглинальні прилади. Їх вибирають відповідно до санітарно-гігієнічних методик.

Забруднюючі речовини, котрі містяться в повітрі, проходячи крізь фільтр або поглинальний прилад, залишаються на фільтрі або у поглинальному розчині. Знаючи швидкість (витрату повітря) і час проходження повітря, визначають об'єм повітря, який пройшов через фільтр або поглиналь-

ний прилад.

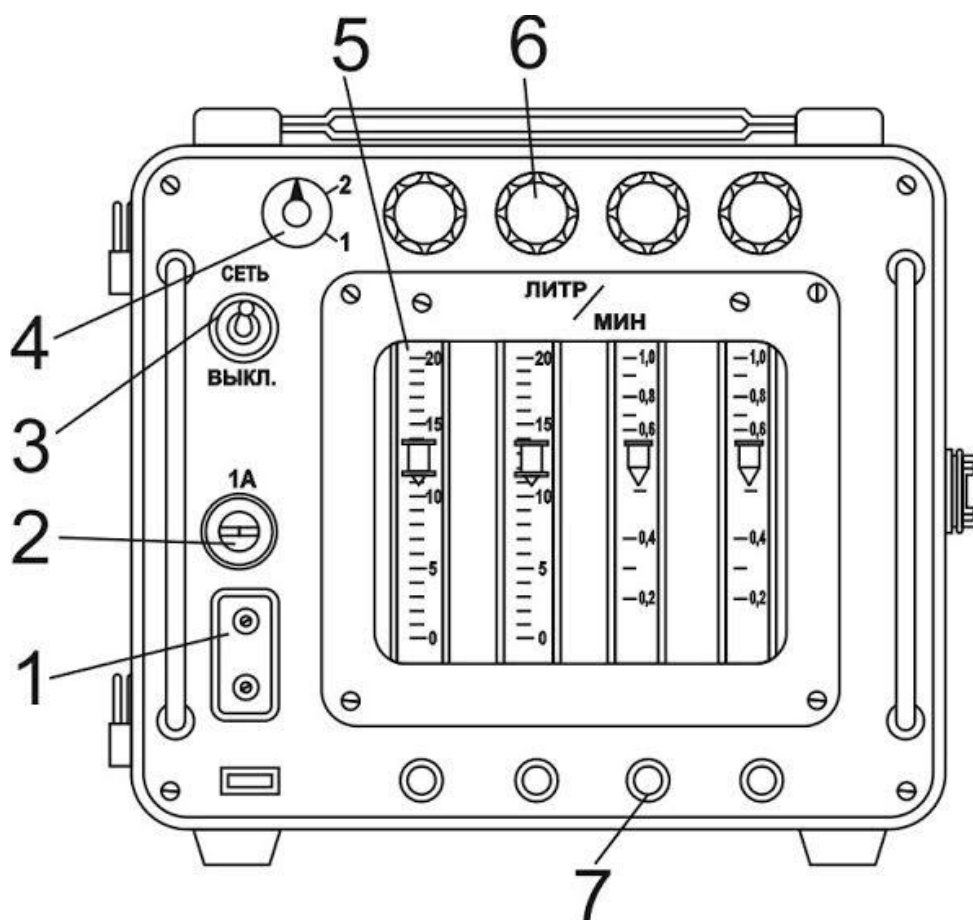


Рис. 1. Передня панель аспірації: 1 – вхідна колодка; 2 – гніздо запобіжника; 3 – тумблер вмикання та вимикання; 4 – розвантажувальний клапан; 5 – ротаметр; 6 – ручка вентиля ротаметра; 7 – штуцери

Лабораторну роботу виконують відповідно до ГОСТ 17.2.4.05 – 83. „Охрана природы. Атмосфера. Гравиметрический метод определения взвешенных частиц пыли“.

Для приведення об'єму повітря до нормальних умов користуються формулою

$$V_0 = \frac{V_1 \cdot 273 \cdot P}{(273 + t) \cdot 760}$$

де V_1 – об'єм повітря за $t^{\circ}\text{C}$ у місці відбору проби;

P – атмосферний тиск, мм рт. ст.;

t – температура повітря, $^{\circ}\text{C}$.

2.2. Ґрунти

Ґрунт складається з мінеральних, органічних сполук і органо-мінеральних комплексів, а також ґрунтового розчину, ґрунтового повітря й ґрунтових мікроорганізмів.

Мінеральну (неорганічну) частину ґрунту на 60 – 80% утворює кристалічний кремнезем або кварц. Значне місце серед неорганічних сполук посідають алюмосилікати, а саме – польові шпати та слюда. До алюмосилікатів належать також глинисті мінерали, зокрема монтморилонітової групи (монтморилоніт, нонтроніт, бейделіт, соконіт, гекторит, стивенсит) тощо.

Хімічний склад ґрунтів виражають через відсотковий уміст оксидів силіцію, алюмінію, феруму і кальцію, віднесений до повітряно-сухої проби. Крім сполук цих елементів, сумарний уміст яких виражений в оксидах, становить понад 80 – 85%, до складу ґрунтів уходять у значних кількостях сполуки магнію, натрію, калію, титану, фосфору (фосфати), сірки (сульфати) та неорганічного карбону (карбонати). Серед хімічних елементів, які містяться в ґрунті в невеликих кількостях, але мають суттєве значення, бо є біомікроелементами, слід назвати фтор, йод, купрум, цинк, манган, кобальт, молібден й ін. Їхній підвищений чи знижений уміст у ґрунті зумовлює концентрації цих елементів у середовищах, котрі контактують з ґрунтом (вода, рослини, атмосферне повітря).

За вмістом основних мінеральних компонентів ґрунти поділяють на кілька груп: підзолисті піщані, підзолисті суглинисті, лісостепові суглинисті, каштанові суглинисті, торф'яні тощо. Вміст оксидів металів у ґрунтах різних типів змінюється в досить вузьких межах і зменшується в ряді $\text{SiO}_2 > \text{Al}_2\text{O}_3 > \text{Fe}_2\text{O}_3 \approx \text{CaO} > \text{MgO} \approx \text{K}_2\text{O} \approx \text{Na}_2\text{O} > \text{TiO}_2 > \text{MnO}$.

Уміст неорганічного фосфору (P_2O_5) в ґрунтах є досить сталим. У той же час уміст сульфатної сірки (SO_3) та карбонатного вуглецю (CO_2) може коливатися в широких межах.

Органічні речовини накопичуються в земній корі в результаті життєдіяльності та відмирання рослинних і тваринних організмів. При розкладанні рослинних та тваринних залишків, до складу яких уходять вуглеводи, білки, лігнін, дубильні речовини, смоли й жири, виникають різні продукти розпадання. Одночасно відбуваються процеси синтезу з утворенням з простих органічних сполук більш складних. У результаті цих процесів утворюється гумус.

Гумус – це сукупність усіх органічних сполук, котрі знаходяться у ґрунті, але не входять до складу живих організмів або утворень.

До складу гумусу входять 4 групи хімічних сполук:

- 1) гумінові кислоти;
- 2) фульвокислоти;
- 3) гумін та ульмін;
- 4) гематомеланові кислоти.

Кожна з цих груп містить багато різних сполук, що близькі за своїм складом і властивостями.

Окрім неорганічних і органічних речовин, повітряно-сухі ґрунти залежно від їх дисперсності містять до 10% води.

Види води у ґрунті поділяють на 5 груп:

- I) вода у формі пари;
- II) зв'язана вода:
 - 1) міцнозв'язана (гігроскопічна) вода;
 - 2) розпушено-зв'язана – вторинноорієнтована вода полішарів (плівкова) – осмотична вода;
- III) вільна вода:
 - 1) капілярна вода:
 - вода кутів пор;
 - підвішена вода;
 - власне капілярна вода;
 - 2) гравітаційна вода:
 - просочувана вода;
 - вода ґрунтового потоку;
- IV) вода в твердому стані;
- V) кристалізаційна вода та хімічно зв'язана вода.

Вода у формі пари відіграє важливу роль у процесах, котрі проходять у ґрунтах, оскільки вона здатна рухатися у ґрунті при незначній його вологості.

Гігроскопічна вода міцно зв'язана з ґрунтовими частинками, тому вона не може засвоюватися ні кореннями рослин, ні бактеріями, тобто мікроорганізми не можуть існувати у гігроскопічній воді. До того ж, вона не рухома, і з нею не можуть пересуватися ніякі забруднення. Плівкова вода також не засвоюється кореннями рослин, але може використовуватися бактеріями. Вона також відіграє важливу роль у забезпеченні водного та електричного балансу ґрунту, бо може пересуватися зі значної глибини.

Капілярну та вільну гравітаційну воду можуть засвоювати як корені рослин, так і мікроорганізми. Гравітаційна вода є джерелом інших видів води у ґрунті.

При замерзанні ґрунтова вода перетворюється в лід. У ґрунті лід може міститися у вигляді окремих кристалів або у вигляді прошарків чистого льоду, які досягають місцями значних розмірів. Кристали льоду в більшості випадків відіграють роль цементу, котрий скріплює мінеральні частинки між собою.

Кристалізаційна вода входить до складу кристалізаційних ґраток мінералів, зберігаючи свою молекулярну формулу. Хімічно зв'язана вода міститься в хімічних сполуках, не зберігаючи при цьому свою молекулярну формулу. Отже, ці види води є її нерухомими формами.

Таким чином, поширення забруднень у ґрунті пов'язане з переміщенням плівкової, капілярної та гравітаційної води.

Хімічний склад ґрунтового повітря у поверхневому шарі ґрунту (0,2 м) майже не відрізняється від атмосферного. Зі збільшенням глибини вміст у ґрунтовому повітрі CO_2 збільшується, O_2 зменшується. Це пояснюється тим, що у ґрунті проходять процеси поглинання O_2 і виділення CO_2 .

Крім вільного повітря, котре міститься в порах ґрунту, значна кількість газів розчинена у ґрунтовій воді.

ґрунтові мікроорганізми, які представлені бактеріями, вірусами, грибами, актиноміцетами, водоростями, найпростішими, забезпечують самоочищення ґрунту від органічних забруднень.

Крім інгредієнтів природного походження, до складу ґрунтів також уходять численні неорганічні та органічні сполуки, котрі є продуктами промислової й сільськогосподарської діяльності людини. Так, з атмосферними опадами у вигляді рідких та твердих аерозолей до ґрунтів потрапляють сульфатна кислота („кислотні дощі”), сульфати, хлориди, оксиди металів, органічні сполуки тощо. Забруднюючі речовини вносяться до ґрунтів з органомінеральними добривами і зрошуванні забрудненою водою. Основними джерелами забруднення ґрунтів навколо великих промислових центрів є підприємства чорної й кольорової металургії, хімічної, нафтохімічної та енергетичної промисловості. Під впливом атмосферних опадів та танення снігу антропогенні забруднення проникають у глибину ґрунтів на 20 – 30 см і більше залежно від їхньої розчинності у воді й сорбційної здатності. ґрунти є добрими акумуляторами токсичних забруднювачів, таких, як пестициди, сполуки важких металів тощо.

При відборі проб ґрунту потрібно враховувати його адсорбційну здатність, неоднорідність розподілу забруднюючих речовин у ґрунті та складні фізико-хімічні й біологічні процеси, котрі в ньому відбуваються.

Лабораторна робота № 2

Визначення вмісту сульфат-іонів у водній витяжці ґрунту

Для виконання лабораторної роботи кожен студент використовує свою пробу ґрунту.

Приготування водної витяжки ґрунту. Водну витяжку ґрунту бажано готувати заздалегідь. Зважують у бюксі на аналітичних вагах близько 20 г ґрунту, переносять за різницею у конічну колбу ємністю 250 – 300 мл і

додають піпеткою 200 мл дистильованої води. Колбу закривають гумовою пробкою та перемішують 3 хв. Витяжку фільтрують крізь складчастий фільтр „синя стрічка”, під який підкладають ще один фільтр. Якщо при фільтруванні перші порції фільтрату виявляються мутними, то їх знову зливають у колбу й фільтрують, доки фільтрат не стане прозорим. Прозорий фільтрат збирають у конічну колбу.

Для осадження сульфат-іонів відбирають піпеткою **100** мл водної витяжки. Далі аналіз проводять за **ГОСТ 26426 – 85. „Почвы. Методы определения ионов сульфата в водной вытяжке“** (1. Весовое определение иона сульфата). Кількість соляної кислоти та осаджувача за ГОСТом збільшують пропорційно об’єму витяжки.

Операції гравіметричного аналізу, а також обчислення результатів дивитися у **додатку Б**.

Оцінка ступеня забруднення ґрунту екзогенними речовинами (сторонніми для ґрунту) базується на порівнянні кількості кожної з них у ґрунті з її ГДК. Так, ГДК сульфат-іонів у ґрунті в перерахунку на сульфатну кислоту становить 160 мг/кг.

2.3. Природні води

Природна вода ніколи не буває абсолютно чистою, оскільки в ній розчиняються тверді речовини (породи, мінерали, солі) й газу, які надходять з глибини землі (**CO₂**, **H₂S**, **CH₄** та інші), й містяться в атмосферному повітрі (**O₂**, **CO₂**, **N₂** тощо). Крім того, в природних водах завжди є значна кількість органічних речовин – продуктів життєдіяльності та розкладання водних організмів.

Хімічні інгредієнти природних вод поділяють на п’ять основних груп:

- 1) розчинені газу – **O₂**, **CO₂**, **H₂S**, **CH₄** тощо;
- 2) головні іони (сольові компоненти) – **HCO₃⁻**, **CO₃²⁻**, **Cl⁻**, **SO₄²⁻**, **Na⁺ + K⁺**, **Mg²⁺**, **Ca²⁺**;
- 3) біогенні елементи – **NH₄⁺**, **NO₂⁻**, **NO₃⁻**, нітроген органічний (**N_{органічний}**), орто- та поліфосфати, фосфор органічний (**P_{органічний}**), ортосилікати, ферум II, III);
- 4) мікроелементи – **Mn**, **Cu**, **Zn**, **Co**, **Mo** (біометали), **Ni**, **Cr**, **Cd**, **Pb**, **Hg**, **F** та інші компоненти (неорганічні промислові забруднювачі);

5) органічні речовини – карбон органічний (C_{org}), білки, аміни, амінокислоти, карбонові та оксикарбонові кислоти, естери, гумусові та фульвокислоти, вуглеводи, жири, карбонільні сполуки, спирти, нафтопродукти, пестициди, синтетичні поверхнево-активні речовини й інші органічні речовини природного та антропогенного походження.

Ці інгредієнти можуть міститися в природних водах у вигляді зависей, колоїдних і розчинних форм. Своєю чергою, розчинені інгредієнти можуть бути у вигляді молекул (O_2 , CO_2 , H_2S , спирти, альдегіди тощо) та іонів NO_3^- , HCO_3^- , SO_4^{2-} , не закомплексовані й комплексні іони металів і т. п. Різний фазовий і молекулярно- та іонодисперсний стан хімічних інгредієнтів у природних водах слід урахувати при виконанні аналітичних операцій, особливо при відборі проби та її підготовці до аналізу.

За фізико-географічними умовами формування хімічного складу природних вод їх можна поділити на поверхневі води суші (річки, озера, водоймища, ставки), підземні води (артезіанські та мінеральні), морські та океанські води й атмосферні опади.

Хімічний склад *поверхневих вод* суші змінюється з часом під дією гідрометеорологічних умов і помітно коливається протягом року. В той же час на хімічний склад води істотно впливає характер ґрунтів на території водозбору – площі, з якої поверхневий стік, зрештою, надходить до конкретної водойми. Оскільки під час формування поверхневих водойм вода контактує переважно з породами і ґрунтами на поверхні землі, то вона зазвичай містить мало солей та є прісною.

Для поверхневих вод характерна велика кількість завислих речовин, низька прозорість, підвищена кольорність за рахунок гумінових речовин, що вимиваються з ґрунту, високий вміст органічних речовин, наявність мікрофлори і розчиненого кисню. Хімічний склад води поверхневих водойм різноманітний: співвідношення головних іонів (сольових компонентів) у воді різних водойм дуже коливається.

Хімічний склад *підземних вод* формується в особливих умовах. При тісному контакті води з різноманітними породами та мінералами (від десятків до мільйонів років) залежно від глибини залягання водоносних горизонтів відбувається насичення води неорганічними макро- й мікроелементами. На великих глибинах взаємодія води з породами проходить при тиску в сотні атмосфер і часто при високих (понад $100^\circ C$) температурах, що сприяє, поряд з насиченням води мінеральними компонентами, також значному збільшенню вмісту розчинних газів, в основному таких, як CO_2 , H_2S та CH_4 .

Міжпластові води прозорі, без кольору, часто – без запаху і будь-якого присмаку, здебільшого лужні (з pH понад 7) завдяки вмісту гідро-

карбонатів лужних і лужноземельних елементів. Наявність малопроникних водопідпірних шарів порід, котрі роз'єднують окремі водоносні горизонти, створює умови для утворення досить різноманітних за хімічним складом вод. Концентрація в них мінеральних солей більша, ніж у ґрунтових водах, та залежить від хімічного складу породи, в якій вони накопичуються й пересуваються. Тому серед підземних вод зустрічаються різні її види – від прісних до високомінералізованих з широким інтервалом співвідношення головних іонів.

Утруднений зв'язок підземних вод з атмосферою та поверхнею землі призводить до зменшення до нуля вмісту у водах розчиненого кисню, особливо в міру збільшення глибини водоносного горизонту. Тому в глибоких міжпластових водах створюються умови для відновлення нітратів до нітритів й амонійних солей.

Відсутність сонячного освітлення у підземних водах не дає можливості розвиватися в них фотосинтезуючим водним рослинам і збагачувати воду органічними речовинами. Однак у таких умовах у водах розвиваються численні анаеробні організми, життєдіяльність яких поширюється на великі глибини. Через те важко дати однозначну відповідь на питання про закономірності зміни вмісту органічних речовин та продуктів їхнього розкладання у підземних водах.

Хімічний склад *океанської та морської води* відрізняється від складу інших водних об'єктів, що пов'язане з їхнім розміром і деякими умовами водообміну з атмосферою й сушею. Моря, особливо закритого типу (Каспійське, Чорне, Середземне тощо), за хімічним складом води займають проміжне положення між океанами і поверхневими водами суші. Це саме стосується узбережних районів океанів.

Найважливішими особливостями хімічного складу води океанів є такі:

а) надзвичайно різноманітний якісний склад води (це зумовлене тим, що океани акумулюють різні за хімічним складом води з усієї земної поверхні, й тому у водах океанів містяться сполуки всіх відомих у природі хімічних елементів);

б) уміст в океанській воді величезної кількості солей, в основному натрій хлориду;

в) постійний у часі та однорідний у різних частинах океану основний хімічний склад води (однорідність сольового складу океанів по акваторії й глибині забезпечується постійним водообміном між окремими частинами океану внаслідок горизонтальних і вертикальних переміщень водних мас).

Велика різноманітність хімічного складу природних вод є одним із важливих факторів, який треба мати на увазі при виборі методу аналізу, підготовки проби до аналізу та виконання аналітичних операцій.

Для виконання лабораторної роботи кожен студент використовує

свою пробу питної води.

Питна вода за санітарно-хімічними показниками безпечності та якості, а також за показниками фізіологічної повноцінності мінерального складу повинна відповідати Державним санітарним нормам та правилам „Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною” ДСанПін 2.2.4-171-10 (див. у Додатку В таблиці 1 і 2 відповідно).

Лабораторна робота № 3

Визначення загальної жорсткості, іонів Ca^{2+} та лужності води

1. *Загальна жорсткість* – показник, що характеризує властивість води, зумовлену наявністю в ній розчинених солей кальцію та магнію (сульфатів, хлоридів, карбонатів, гідрокарбонатів тощо).

Жорсткість води виражають в мг-екв/дм³. Вода із загальною жорсткістю до 3,5 мг-екв/дм³ вважається м'якою, від 3,5 до 7 мг-екв/дм³ – помірно жорсткою, від 7 до 10 мг-екв/дм³ – жорсткою і понад 10 мг-екв/дм³ – дуже жорсткою.

Обґрунтовуючи норматив загальної жорсткості у питній водопровідній воді, передусім ураховують її вплив на органолептичні властивості. Відомо, що значний уміст солей Ca^{2+} і Mg^{2+} , особливо магній сульфату, надає воді гіркового смаку. Споживачі відчувають цей смак, якщо загальна жорсткість води перевищує 7 мг-екв/дм³. При цьому вони відмовляються від споживання такої води. Щоб вода не мала гіркового смаку, її загальна жорсткість на повинна перевищувати 7 мг-екв/дм³. Тобто верхню межу загальної жорсткості питної води встановлено на підставі впливу її на органолептичні властивості.

Згодом було доведено, що жорсткість води по-різному впливає на здоров'я людини. Так, різкий перехід від м'якої води до жорсткої води призводить до диспепсії, зумовленої насамперед наявністю у воді магній сульфату. У районах зі спекотним кліматом користування водою з високою жорсткістю спричиняє погіршення перебігу сечокам'яної хвороби.

Солі кальцію і магнію погіршують усмоктування жирів унаслідок їхнього омилення й утворення в кишківнику нерозчинних кальцієвих та магнієвих миль. При цьому обмежується надходження в організм людини поліненасичених вищих карбонових кислот, жирозчинних вітамінів, деяких мікроелементів. Зокрема, вода з жорсткістю понад 10 мг-екв/дм³ підвищує ризик захворювання на ендемічний зуб, оскільки за такої жорсткості погіршується засвоєння йоду організмом.

Вода з великою жорсткістю сприяє виникненню дерматиту. Механізм полягає в омиленні солями кальцію і магнію шкірного сала з утворенням нерозчинних у воді миль, які мають подразнюючу дію.

До того ж треба враховувати, що з підвищенням жорсткості води ускладнюється кулінарне оброблення харчових продуктів, а саме: гірше розварюються м'ясо і бобові, погано заварюється чай, утворюється накип на стінках посуду. Крім цього, підвищуються витрати мила, волосся після миття стає жорсткішим, шкіра грубішає, тканини жовтіють, утрачають м'якість, гнучкість через осідання на них нерозчинного мила.

Але й дуже м'яка вода може негативно впливати на організм унаслідок надходження передусім кальцію. Кальцій виконує в організмі багато функцій: є пластичним матеріалом, що вклай потрібний для остеогенезу і репарації кісток, бере участь в утворенні дентину. Він потрібний для підтримки нервово-м'язового збудження, бере участь у процесах згортання крові, впливає на проникність біологічних мембран.

Потреба людини в кальції задовольняється насамперед за рахунок молока і молокопродуктів. З водою жорсткістю 3,5 – 7 мг-екв/дм³ в організм надходить приблизно 15 – 25 % кальцію від фізіологічної добової потреби (добова потреба дорослої людини в кальції коливається від 800 до 1100 мг). Дефіцит кальцію в організмі створюється досить швидко, бо виведення його є сталим і не залежить від надходження. Тому тривале вживання м'якої води, збідненої на кальцій, може призвести до його дефіциту в організмі.

Загальну жорсткість води визначають відповідно до ГОСТ 4151 – 72. „Вода питьевая. Метод определения общей жесткости“.

Уміст іонів Ca^{2+} у воді визначають відповідно до ДСТУ ISO 6058:2003 „Якість води. Визначення кальцію (ISO 6058 – 1984, IDT)“.

2. Загальна лужність – показник, що характеризує властивість води, зумовлену наявністю в ній аніонів слабких кислот, головним чином карбонатної кислоти (карбонатів, гідрокарбонатів).

Компоненти карбонатної системи (H_2CO_3 , HCO_3^- , CO_3^{2-}) перебувають у хімічній рівновазі, яка залежить від рН води. Так, при рН < 4 іони HCO_3^- і CO_3^{2-} практично відсутні у воді. В інтервалі рН 4 – 8 домінують молекули H_2CO_3 (CO_2) та іони HCO_3^- , причому концентрація останніх збільшується при підвищенні рН і досягає максимального значення при рН 8,3 – 8,4. Коли рН > 8,3, відносна частка CO_3^{2-} збільшується, частка HCO_3^- зменшується, а молекул H_2CO_3 (CO_2) практично немає.

Загальну лужність води визначають відповідно до ДСТУ ISO 9963 – 1:2007. „Якість води. Визначення лужності. – Частина 1. Визначення загальної та часткової лужності (ISO 9963 – 1:1994, IDT)“.

Лабораторна робота № 4

Визначення запаху, смаку, кольоровості та рН води

Наявність значної кількості хімічних інгредієнтів зумовлює певні фізичні, фізико-хімічні, біологічні та органолептичні властивості природних вод. Ці властивості є показниками якості води. Серед них найважливішими є запах, смак, прозорість, кольоровість, каламутність, рН й інші.

1. Запах – показник, що характеризує властивість води подразнювати рецептори слизових оболонок носа та синусних пазух, зумовлюючи відповідне відчуття.

Запах води викликають леткі органічні речовини, що пахнуть і потрапляють у воду природним шляхом або зі стічними водами. У природних водах, які містять виключно неорганічні речовини, характерний запах може створювати лише сірководень.

За характером розрізняють природні (ароматичний, болотний, гнильний, рибний, трав'яний і т. ін.), специфічні (аптечний) та невизначені запахи. Один і той самий запах може мати різну інтенсивність. До того ж у різних людей неоднакова чутливість аналізатора нюху: в деякого вона надто висока, тому саме вони можуть відчувати запах води тоді, коли звичайна людина його не відчуває.

Для характеристики інтенсивності запахів води запропонована п'ятибальна шкала: **0** – без запаху, його не відчуває навіть досвідчений одоратор; **1** – дуже слабкий, споживач не виявляє, але відчуває досвідчений одоратор; **2** – слабкий, споживач відчуває тільки тоді, коли звернути його увагу; **3** – помітний, споживач легко виявляє і негативно реагує; **4** – чіткий, вода непридатна для вживання; **5** – дуже сильний, через що вода непридатна для вживання.

З підвищенням температури погіршується розчинність у воді органічних речовин, що призводить до зростання тиску їхньої пари над поверхнею води. Через це в одиниці об'єму повітря міститься більше молекул речовини, а тому рецептори аналізатора нюху подразнюються більше, тобто посилюється запах. Крім того, за високої температури у воді можуть відбуватися хімічні перетворення і з'являтися нові речовини із запахом. Тому запах води оцінюють як за кімнатної температури (20°C), так і за її підвищення до 60°C.

При визначенні запаху поверхневих, а також питних та стічних вод у всіх випадках спочатку встановлюють характер запаху, а потім визначають його інтенсивність органолептично. Запах визначають на місці відбору проби води.

2. Смак і присмак – показники, що характеризують здатність наявних у воді хімічних речовин після взаємодії зі слиною подразнювати сма-

кові рецептори язика та зумовлювати відповідне відчуття.

За характером розрізняють солоний, гіркий, кислий та солодкий смаки. Решта – присмаки: лужний, болотний, металічний, нафтопродуктів і т. ін. Оскільки один і той самий присмак може мати різну інтенсивність, до того ж, у різних людей неоднакова чутливість смакового аналізатора, то для характеристики інтенсивності смаків і присмаків води було запропоновано п'ятибальну шкалу (аналогічну п'ятибальній шкалі інтенсивності запахів).

Смакові властивості води залежать від наявності в ній речовин природного походження або речовин, які потрапляють у воду із стоками. Підземні води, які містять тільки неорганічні розчинені речовини, мають специфічний смак, зумовлений наявністю в них сполук заліза, мангану, магнію, натрію, калію, хлоридів та карбонатів.

Випробування на смак проводять тільки для питних вод і описують його словесно. При визначенні смаку питних вод використовують проби, які бактеріологічно нешкідливі, незабруднені та нетоксичні. Результат визначення залежить від смакового сприйняття й досвіду дослідника.

3. Кольоровість – природна властивість води, що залежить від наявності в ній гумінових речовин, які вимиваються у воду з ґрунту під час формування поверхневих та підземних водойм. Гумінові речовини утворюються в ґрунті внаслідок мікробіологічного руйнування сторонніх органічних речовин і синтезу ґрунтовими мікроорганізмами гумусу. Гумус має коричневий колір, тому гумінові речовини надають воді забарвлення від жовтого до коричневого. На кількість цих речовин впливають геологічні умови, водоносні горизонти, характер ґрунту, наявність боліт та торфовищ у басейнах річок і т. ін. Невелика кількість гумінових речовин утворюється безпосередньо в поверхневих водоймах унаслідок мікробіологічного руйнування водоростей. Що більше у воді гумінових речовин, то інтенсивніше забарвлення води й вища її кольоровість.

У багатьох випадках колір води викликаний мікроорганізмами, частками мулу, сульфідами металів та іншими нерозчинними речовинами. Кольоровість визначають у профільтрованій або непрофільтрованій пробі води. Пробу води не консервують і проводять визначення її кольоровості не пізніше, ніж через дві години після відбору.

Для кількісного вимірювання кольоровості води було розроблено хромово-кобальтову шкалу, яка імітує кольоровість природної води. Кольоровість води вимірюють у градусах шляхом порівняння її інтенсивності із забарвленням розчинів шкали. Раніше це порівняння здійснювали візуально, а нині використовують спектрофотометри та фотоколориметри.

Крім кольоровості, слід пам'ятати й про **забарвлення води**. Воно пов'язане з її забрудненням речовинами органічного та неорганічного походження, зокрема барвниками, котрі можуть потрапляти у водойми зі сті-

чними водами підприємств, деякими неорганічними сполуками феруму, мангану, купруму як природного, так і техногенного походження. Наприклад, ферум і манган можуть спричиняти забарвлення води від червоного до чорного, купрум – від блідо-блакитного до синьо-зеленого. Тобто забруднена промисловими стоками вода може мати неприродне забарвлення. Колір, відтінок та інтенсивність забарвлення води визначають візуально після видалення завислих частинок.

Запах і смак води визначають органолептично, кольоровість – фотометричним методом. Усі визначення виконують відповідно до **ГОСТ 3351 – 74. „Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности“**.

Правила роботи на фотометрі КФК – 3 МП та побудову калібрувального графіку дивитися у додатках Г і Д. **Для виконання роботи обов'язково мати аркуш міліметрового паперу формату А 4.**

2. Водневий показник (рН) – показник, що характеризує властивість води, зумовлену наявністю в ній вільних іонів водню.

Величина рН є важливим показником кислотності або лужності природних вод. У більшості природних вод концентрація водневих іонів зумовлена в основному відношенням концентрацій вільного діоксиду вуглецю та іонів гідрокарбонату. В цих випадках рН коливається в межах від 4,5 до 8,3. На величину рН природних вод впливає великий уміст гумусових речовин, основних карбонатів і гідроксидів металів, які утворюються внаслідок поглинання CO_2 при фотосинтезі, а також наявність у воді солей, що гідролізуються. Крім того, у забруднених поверхневих водах можуть міститися сильні кислоти або основи, котрі впливають на рН води.

Величину рН визначають електрометричним методом за допомогою рН-метрів із скляним електродом. Визначати рН води необхідно одразу після відбору проби, тому що внаслідок проходження в ній хімічних і біологічних процесів концентрація водневих іонів може значно змінюватися. Якщо визначення рН на місці відбору проби неможливе, то її транспортують у лабораторію в спеціальній склянці, забезпечивши відсутність контакту води з повітрям, і негайно проводять визначення рН.

Результат визначення рН залежить від температури, вплив якої можна регулювати спеціальним компенсатором у приладі. Якщо такого компенсатора немає, то пробу підігрівають або охолоджують до температури 20°C. Якщо температура проби значно відрізняється від 20°C і не приведена до неї, то її відмічають у записі результатів визначення.

Потенціометричному визначенню не заважають кольорність та каламутність води, наявність у ній суспендованих речовин, вільного хлору, окисників та відновників, а також концентрація солей у пробі. Деякі помилки у вимірюванні рН виникають при підвищеному вмісті солей або при

pH >10. У таких випадках необхідно користуватися спеціальними електродами для вимірювання pH або вводити поправки, відзначені в інструкції до електрода.

Точність потенціометричного визначення pH залежить також від чистоти поверхні електрода. Для дослідження забруднених проб води доцільно користуватися спеціально виділеним для цього електродом. Для регенерації електрода його занурюють на 2 год. у 2%-вий розчин **HCl**, а потім промивають дистильованою водою. Електрод слід зберігати в дистильованій воді.

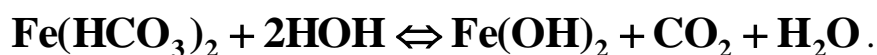
Визначення pH води проводять відповідно до ДСТУ 4077 – 2001. „Якість води. Визначення pH (ISO 10523:1994, MOD)“.

Порядок вимірювання pH дивитися у додатку Ж.

Лабораторна робота № 5 Визначення загального заліза у воді

Іони феруму є постійним компонентом природних вод, у яких вони містяться у формі сполук **Fe(II)** і **Fe(III)** в розчиненому й колоїдному стані, а також у вигляді зависей. Насправді розчинену та колоїдну форми визначають одночасно. Концентрація іонів феруму в природній воді коливається від 0,01 до 26 мг/дм³.

У поверхневих водах ферум міститься у вигляді стійкого гуміновокислого **Fe(III)**, а підземних водах – гідрокарбонату **Fe(II)**. Ця сполука нестійка і легко гідролізується:



Після піднімання підземної води на поверхню **Fe(OH)₂** окиснюється киснем атмосферного повітря до **Fe(OH)₃**. Ферум(III) гідроксид погано розчиняється та утворює у воді коричневі пластівці, що зумовлює її кольоровість і каламутність. За значного вмісту заліза у воді вона набуде жовто-коричневого забарвлення, стає каламутною, з терпким металевим присмаком. Якщо вміст заліза у воді перевищує 0,3 мг/дм³, то споживачі сприйматимуть її як каламутну й забарвлену в жовто-кричневий колір. Коли ж концентрація заліза у воді вища за 1 мг/дм³, то вона має терпкий смак. Треба зазначити, що така концентрація заліза впливає на органолептичні ознаки води.

Іони **Fe³⁺** визначають фотометрично з сульфосаліциловою кислотою, з котрою ці іони залежно від pH утворюють кілька комплексних сполук різного складу і забарвлення:



При рН 1,8 – 2,5 утворюється комплексний катіон $[\text{FeSal}]^+$, забарвлений у бурувато-рожевий колір. У межах рН 4 – 8 утворюється комплексна сполука бурого кольору $[\text{Fe}(\text{Sal})_2]^-$, а в лужному середовищі при рН 8 – 11,5 – ферум трисаліцилат $[\text{Fe}(\text{Sal})_3]^{3-}$, який руйнується фторид-іонами. При підвищенні рН утворюються більш стійкі комплекси, які не піддаються дії фторид- і фосфат-іонів. У лужному середовищі іони Fe^{2+} швидко окиснюються, тому за цих умов інтенсивність забарвлення розчину пропорційна загальному вмісту іонів Fe^{2+} та Fe^{3+} у розчині. Саме тому для визначення загальної концентрації феруму у водах застосовують метод з утворенням трисаліцилатного комплексу.

Визначенню феруму заважає власне забарвлення проби води, а також високі концентрації іонів Al^{3+} та Cu^{2+} .

Уміст загального феруму у воді визначають фотометричним методом відповідно до ГОСТ 4011-72. „Вода питьевая. Методы определения общего железа“ (Изменение № 2. „2. Измерение массовой концентрации общего железа с сульфосалициловой кислотой“).

Правила роботи на фотометрі КФК – 3 МП та побудову калібрувального графіку дивитися у додатках Г і Д. Для виконання роботи обов'язково мати аркуш міліметрового паперу формату А 4.

Лабораторна робота № 6 Визначення вмісту нітратів у воді

Нітрати – це постійні складники природних вод. Вони є природними продуктами аеробного окиснення органічних азотовмісних речовин у ґрунті та воді водойм, що надає їм значення санітарно-хімічних показників епідемічної безпечності води. Але нормування нітратів у питній воді ґрунтується не на цій підставі, а на забезпеченні нешкідливості їхнього вмісту для здоров'я.

З підвищеним умістом нітратів у питній воді пов'язані:

- 1) водно-нітратна метгемоглобінемія у немовлят, дітей молодших вікових груп і осіб дуже похилого віку;
- 2) утворення нітрозамінів і нітрозамідів, які мають мутагенну і канцерогенну активність і підвищують ризик онкологічних захворювань.

Нітрати не належать до метгемоглобінутворювачів, але, надходячи до травного каналу з питною водою, вони під впливом кишкової мікрофлори відновлюються в нітрити. Останні потрапляють у кров і блокують ге-

моглобін, утворюючи метгемоглобін, що не здатний переносити кисень. Отже, чим більше гемоглобіну перетворилося на метгемоглобін, то менша киснева ємність крові. У разі його накопичення знижується насичення артеріальної крові киснем, розвивається кров'яний тип гіпоксії, виникає кисневе голодування. Якщо кількість метгемоглобіну перевищує 50 % від загальної кількості гемоглобіну, то організм може загинути від гіпоксії центральної нервової системи.

Перші випадки водно-нітратної метгемоглобінемії було описано у 1945 р. Згодом було доведено, що на неї хворіють зазвичай немовлята, яких вигодовують сумішами, приготованими на воді з високою концентрацією нітратів. Але в усіх випадках, коли хворіли немовлята, дорослі залишалися здоровими. Виявилось, що в їхній крові метгемоглобін не накопичується внаслідок руйнування його метгемоглобіновою редуктазою, тобто відбувається швидке відновлення гемоглобіну. В малюків, особливо першого року життя, спостерігається дефіцит метгемоглобінової редуктази, що призводить до накопичення метгемоглобіну. Саме тому що менша дитина, то тяжче перебігає хвороба.

У нормі у дітей старшого віку і дорослих кількість метгемоглобіну в крові не перевищує 1 – 2 %. Якщо нітрати надходять в організм у надмірних, але не у дуже високих дозах, концентрація метгемоглобіну збільшується незначно, оскільки метгемоглобінова редуктаза руйнує метгемоглобін. Це майже не позначається на стані здоров'я, проте у хворих на анемію або серцево-судинні недуги можуть посилитися прояви гіпоксії.

Підвищений уміст нітратів у воді, окрім того, призводить до утворення нітрозамінів та нітрозамідів. Це відбувається внаслідок перетворення нітратів у нітрити і взаємодії останніх з аліфатичними й ароматичними амінами як у навколишньому середовищі (у воді водойм, ґрунті, рослинах), так і в організмі людини (у травному каналі). Нітрозамідам та нітрозамінам властива мутагенна й канцерогенна дія. Велика кількість імовірних джерел надходження цих речовин у водойми господарсько-питного призначення, можливість їхнього синтезу з нітратів у воді й травному каналі, висока розчинність та значна стабільність роблять питну воду одним з головних шляхів надходження нітрозамідів і нітрозамінів в організм людини. Тому підвищений уміст нітратів у воді сприяє підвищенню ризику щодо онкогенної захворюваності населення.

Нітрати визначають фотометричним методом з натрій саліцилатом. Використовують також потенціометричний метод з нітрат-селективним електродом.

Лабораторну роботу виконують фотометричним методом відповідно до ГОСТ 18826 – 73. „Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов“ (3. Колориметрический метод с салициловокислым натрием).

Правила роботи на фотометрі КФК – 3 МП та побудову калібруваль-

ного графіку дивитися у додатках Г і Д. Для виконання роботи обов'язково мати аркуш міліметрового паперу формату А 4.

Якщо виміряне значення оптичної густини досліджуваної води більше, ніж останнє значення оптичної густини для калібрувального графіку, то піпеткою відбирають 10 мл цієї води, переносять у мірну колбу на 100 мл, доводять до мітки дистильованою водою і ретельно перемішують, тобто розводять досліджувану воду в десять разів. Визначення оптичної густини проводять, як описано у ГОСТ 18826-73. Одержане значення концентрації нітратів за калібрувальним графіком множать на 10.

ДОДАТКИ

Додаток А

Порядок роботи на аспіраторі

1. Умикають аспіратор у мережу з напругою 220 В.

2. Перед умиканням аспіратора перевіряють положення розвантажувального клапана **4** (див. рис. 1).

Якщо риска розвантажувального клапана знаходиться напроти цифри «1», то клапан відкритий і може пропускати повітря: у цьому випадкові у повітродувці не виникає надлишкове розрідження, що зменшує навантаження електродвигуна.

Якщо потужності повітродувки недостатньо для забезпечення необхідної швидкості проходження повітря, то розвантажувальний клапан встановлюють у положення «2».

3. До штуцерів **7** приєднують фільтри або поглинальні прилади. Не можна відкривати вентилі **6** без фільтрів або поглинальних приладів, оскільки повітродувка забруднюється і прилад передчасно виходить з ладу.

4. Умикають аспіратор, перемістивши движок тумблера **3**. У момент пускання електродвигуна слід повністю відкрити вентилі, що регулюють швидкість проходження повітря, оскільки при відкритих вентилях двигун зазнає менше навантаження та легко запускається.

5. Обертаючи ручки вентилів **6**, встановлюють потрібну швидкість проходження повітря.

Якщо швидкість повітря, яке проходить через повітродувку, менша ніж 20 л/хв., то тривалість роботи при закритому розвантажувальному клапані (положення «2») не повинна перевищувати одну годину, після чого електродвигун повинен охолонути.

За швидкості повітря 20 л/хв. і менше тривалість роботи має бути 3 години з перервою на одну годину.

6. Встановлюють необхідну швидкість відбору проби повітря, фіксують час і відбирають пробу.

Відлік швидкості проходження повітря здійснюють за шкалою (за верхнім краєм поплавка).

Операції гравіметричного аналізу

1. Доведення тигля до постійної маси

Перед початком роботи тигель доводять до постійної маси. Розмір тигля підбирають залежно від об'єму осаду.

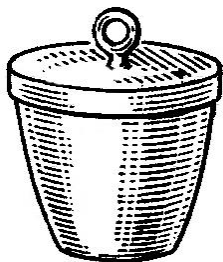
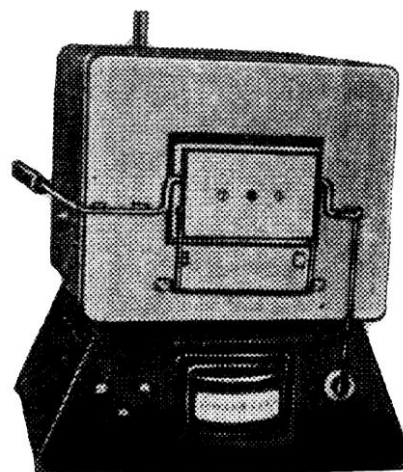


Рис. 2. Тигель із кришкою

Тигель висушують і прожарюють на газовому пальнику або у муфельній печі (рис. 3). Прожарювати тигель слід у тих самих умовах, у яких будуть прожарювати осад. Тигель прожарюють 10 – 15 хв., виймають його з печі підігрітими тигельними щипцями й обережно ставлять у ексикатор (рис. 4).

Рис. 3. Муфельна піч



Ексикатор закривають пришліфованою скляною кришкою і переносять у вагову кімнату, міцно притискаючи кришку зверху великими пальцями. Коли тигель охолоне до температури повітря вагової кімнати (приблизно через 30 – 40 хв.), його виймають холодними щипцями з ексикатора і зважують на аналітичних вагах із точністю до 0,0002 г.

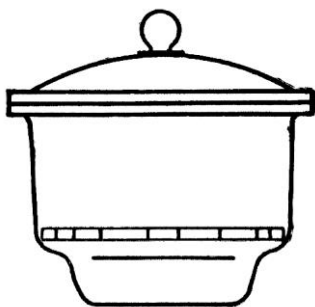


Рис. 4. Ексикатор

2. Осадження

Найважливішою операцією вагового аналізу є осадження.

При осадженні слід повністю перевести складову частину досліджуваної речовини в хімічну сполуку, що практично не розчинна у воді. При цьому осад повинен бути чистим і мати таку форму, яка дає змогу добре його відфільтрувати й промити.

Кристалічні осад осаджують при нагріванні на водяній або повітряній бані. При цьому не слід доводити розчин до кипіння, оскільки додавання осаджувача до киплячого розчину може призвести до різкого виділення пари і розбризкування, в результаті чого буде втрачена частина досліджуваної речовини.

Осаджувач додають повільно по скляній паличці (краплями) при безперервному перемішуванні розчину. При цьому потрібно стежити, щоб паличка не торкалася до стінок і до дна склянки, а також не дряпала скло. Кожен раз, коли паличку виймають із склянки, її потрібно промити дистильованою водою над склянкою. При осадженні склянку з осаджувачем тримають у лівій руці, скляну паличку – у правій, щоб зручніше було перемішувати розчин. Осаджувач можна також доливати по стінці склянки.

Коли осад збереться на дні й рідина над осадом стане прозорою, проводять пробу на повноту осадження. Для цього до розчину над осадом обережно по паличці доливають 2 – 3 краплі гарячого розчину осаджувача. Якщо при цьому розчин не мутніє, то повне осадження досягнуте. Якщо розчин каламутніє, то добавляють ще 0,5 – 1 мл розчину осаджувача й знову перевіряють повноту осадження. Осаджувач доливають доти, поки не буде досягнуте повне осадження.

Осаджений кристалічний осад не слід відразу фільтрувати. Його потрібно залишити на деякий час (1 – 6 год.) на водяній бані у накритій годинниковим склом склянці. Цю операцію називають *дозріванням осаду*.

3. Фільтрування і промивання осаду

Фільтрування. У ваговому аналізі використовують беззольні фільтри, які згорають практично повністю (без залишку). Маса попелу, який залишився, становить 0,00003 – 0,00007 г, та звичайно нею нехтують.

Залежно від розміру часток одержаного осаду застосовують паперові фільтри різного ступеня пористості:

„*червона стрічка*” – швидкофільтруючі, діаметр пор ≈ 10 мкм, для фільтрування аморфних осадів ($\text{Fe}(\text{OH})_3$, $\text{Al}(\text{OH})_3$);

„*біла стрічка*” – середньофільтруючі, діаметр пор $\approx 3,5$ мкм, для фільтрування осадів із середнім розміром кристалів ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$);

„*синя стрічка*” – повільнофільтруючі, діаметр пор 1 – 2,5 мкм, для фільтрування дрібнокристалічних осадів (BaSO_4).

Розмір фільтра залежить від кількості осаду, а не від об'єму рідини, котру фільтрують. Фільтр повинен бути заповнений осадом тільки на одну третину. Розмір лійки підбирають так, щоб краї фільтра були на 0,5 – 1 см нижче від краю лійки.

Фільтр перегинають по діаметру пополам, а потім ще пополам, але так, щоб два бічних згини зверху не збігалися на 3 – 5 мм (рис. 5). Відділяють один шар паперу і вставляють фільтр у чисту суху лійку. Фільтр підганяють до лійки, змінюючи кут згину так, щоб конус фільтра щільно прилягав до стінок лійки.

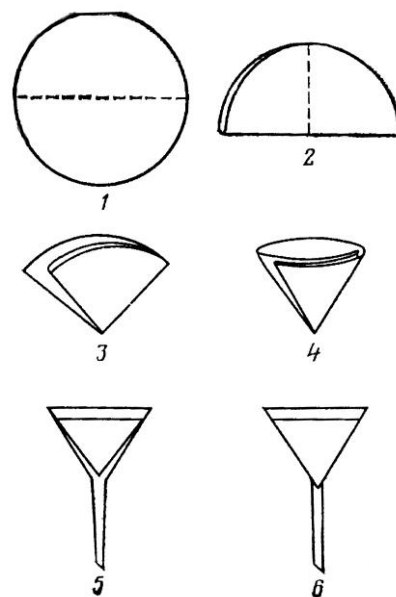


Рис. 5. Згортання беззольного фільтра (1, 2, 3, 4)
Укладання фільтра у лійку: 5 – неправильно,
6 – правильно

Потім фільтр, притримуючи пальцем у лійці, змочують дистильованою водою з промивальниці. Як тільки фільтр буде достатньо змочений водою, палець прибирають. Обережно надавлюючи пальцем, видаляють пухирці повітря між фільтром і стінкою лійки. Особливо ретельно розгладжують обидва згини фільтра, щоб папір скрізь щільно прилягав до скла. Це потрібно виконувати дуже акуратно, щоб не залишилося каналів, по яких при фільтруванні прориватиметься повітря, внаслідок чого трубка лійки буде то заповнюватися рідиною, то майже відразу звільнятися від рі-

дини. Від поштовхів рідини, котрі при цьому виникають, частина осаду може пройти крізь фільтр або крізь його край.

Лійку з фільтром уставляють у кільце штатива і підставляють під неї чисту склянку так, щоб зрізаний кінець лійки був на 5 – 10 мм нижче від верхнього краю склянки й торкався його внутрішньої стінки (рис. 6). При цьому фільтрат не буде розбризкуватися. Фільтрування також можна вести в конічну колбу, вставивши лійку в її горло. Але в будь-якому випадку посудина, в яку збирають фільтрат, повинна бути абсолютно чистою.

Щоб фільтрування відбувалося швидше, рідину спочатку зливають, не скаламучуючи осаду, по паличці на фільтр, тоді пори фільтра не забиваються частками осаду і рідина легко фільтрується.

При зливанні рідини на фільтр користуються скляною паличкою, котрою перемішують розчин у процесі осадження. Паличку виймають із склянки й тримають лівою рукою у вертикальному положенні над лійкою (рис. 6). Нижній кінець палички повинен близько підходити до фільтра, але не торкатися паперу. Правою рукою беруть склянку з фільтратом, прикладають носик склянки до палички і нахиляють склянку так, щоб рідина, не розбризкуючись, стікала зі склянки на фільтр, але не на середину його, а трохи збоку – на стінку. В міру заповнення фільтра паличку піднімають, щоб вона не торкалася рідини. Зливають рідину на фільтр, доки він не буде наповнений на $\frac{2}{3}$.

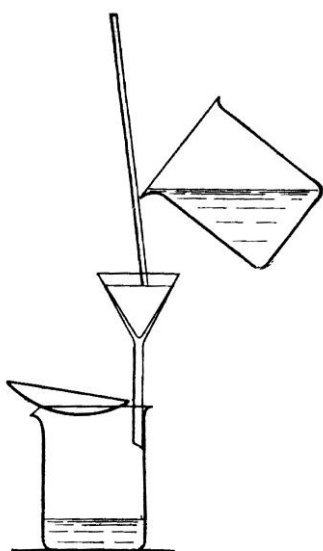


Рис. 6. Фільтрування через паперовий фільтр

Коли фільтр наповниться, склянку переводять у вертикальне положення, ведучи носик склянки по паличці. При цьому остання крапля не буде стікати із зовнішньої стінки склянки. Переводячи склянку у вертикальне положення, обережно переносять у неї скляну паличку так, щоб не втратити жодної краплі рідини. Паличка має знаходитися або над фільтром, або у

склянці. Класти будь-куди паличку не можна, оскільки при цьому може бути втрачена частина осаду.

Фільтр потрібно частіше заповнювати рідиною, тому що при „повному” фільтрі фільтрування відбувається швидше. Окрім того, при дуже низькому рівні стовпчик фільтрату в трубці лійки зникає і швидкість фільтрування зменшується.

Після зливання рідини на фільтр перевіряють, чи фільтрат не містить мути. Це краще всього зробити, якщо вміст посудини, у яку фільтрують, перемішати і подивитися на дно зверху на фоні чорного аркуша паперу або столу. При цьому на дні (у центрі) збирається деяка кількість осаду, котрий добре помітно. Якщо фільтрат мутний, то його фільтрують через той самий фільтр.

Коли більша частина рідини буде пропущена крізь фільтр, осад промивають декантацією.

Промивання осаду декантацією. Рідину для промивання вибирають залежно від властивостей осаду. Звичайно використовують дистильовану воду, до якої додають невелику кількість речовин, котрі знижують розчинність осаду і перешкоджають пептизації. Однак ці речовини повинні легко видалятися з осаду при підготовці його до зважування.

Для промивання осаду в склянку доливають 20 – 30 см³ промивної рідини, вміст склянки перемішують скляною паличкою, дають основній масі осаду осісти, і зливають рідину по паличці на фільтр, намагаючись не скаламутити осад (рис. 7).

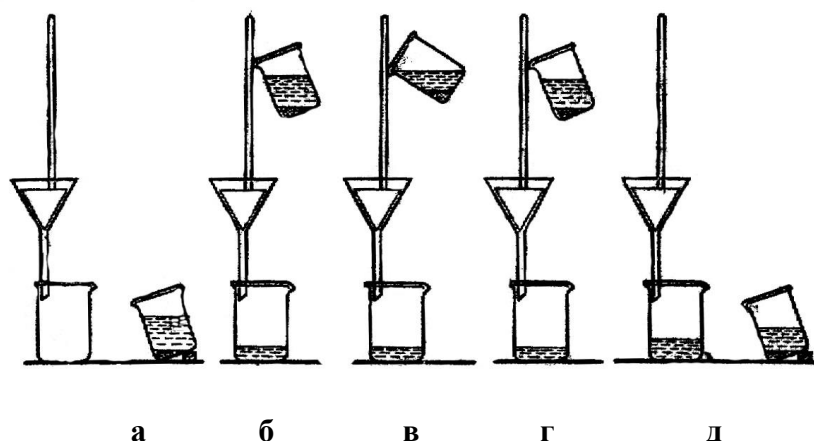


Рис. 7. Промивання осаду декантацією: а – положення перед початком зливання рідини; б, в, г – положення під час зливання рідини; д – положення після зливання рідини

Цю операцію повторюють 2 – 3 рази, якомога повніше зливаючи рідину з осаду. Кожну порцію промивної рідини зливають на фільтр тільки

після того, як попередня практично повністю профільтрується. Промивання осаду декантацією прискорює промивання осаду від домішок, оскільки осад при цьому добре перемішується з промивною рідиною.

Перенесення осаду на фільтр. Коли промивання декантацією закінчене, осад кількісно переносять на фільтр. Для цього осад добре перемішують з останньою порцією промивної рідини й одержану суспензію переливають по паличці на фільтр. Перенесення суспензії на фільтр – найважливіша операція, оскільки втрата хоча б однієї краплі суспензії призведе до неправильних результатів аналізу. Стінки склянки обмивають із промивальниці невеликими порціями промивної рідини і разом із часточками осаду зливають на фільтр. Останні часточки осаду, які залишилися на дні склянки, змивають струменем із промивальниці. Для цього паличку кладуть на край склянки, беруть склянку лівою рукою та притискають паличку до краю склянки вказівним пальцем. Нахиляють склянку над лійкою, правою рукою беруть промивальницю й, направляючи струмінь рідини на стінку і дно склянки, змивають осад на фільтр, не допускаючи розбрикування рідини (рис. 8).

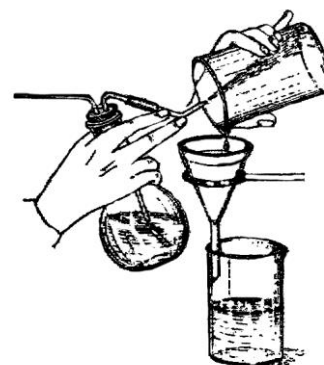


Рис. 8. Змивання залишку осаду зі стінок і дна склянки на фільтр

Часточки, які щільно прилипли до склянки, видаляють зі стінок протиранням скляною паличкою й маленькими шматочками вологого беззольного фільтрувального паперу, котрі потім кладуть у фільтр. При цьому протирають усю внутрішню поверхню. Іншим вологим шматочком фільтру протирають паличку зверху вниз і вміщують його у фільтр. Склянку та паличку обполіскують промивною рідиною й виливають її у лійку з осадом.

Склянка після перенесення осаду на фільтр повинна бути такою ж чистою, як і перед початком роботи. При розгляданні на світло на стінках склянки не має бути білого нальоту.

Промивання осаду на фільтрі. Осад на фільтрі негайно промивають промивною рідиною. Струмінь рідини з промивальниці направляють на

бокову поверхню лійки ближче до верхнього краю, щоб уникнути розбрикування. Обводячи відтягнутим кінцем трубки промивальниці фільтр по колу, намагаються змити осад зі стінок у конус фільтра (рис. 9). Коли фільтр буде наповнений приблизно наполовину, припиняють подальше промивання і дають рідині повністю стекти з фільтра. Потім на фільтр наливають нову порцію промивної рідини й операцію повторюють 3 – 4 рази.

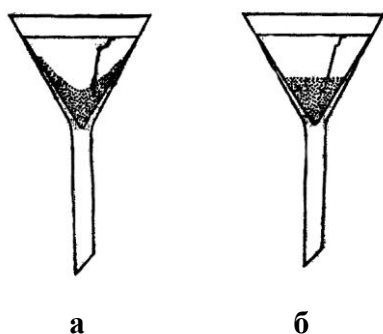


Рис. 9. Промивання осаду на фільтрі:
а – положення осаду до промивання;
б – положення осаду після промивання

Однак треба мати на увазі, що не можна переривати процес промивання осаду. Якщо непромитий осад залишити на деякий час на фільтрі, то маса осаду швидко затвердіє, розтріскається на шматки й тоді буде майже неможливо промити її повністю. Промивання осаду на фільтрі продовжують доти, поки осад не буде повністю відмитий від розчинних домішок.

Для перевірки повноти промивання вміщують кілька крапель фільтрату в пробірку або на годинникове скло і проводять якісну реакцію на один із тих іонів, які повинні бути відмиті від осаду. Промивання закінчують тільки тоді, коли фільтрат залишиться прозорим або з'явиться лише слабка опалесценція.

4. Висушування і прожарювання осаду

Промитий осад на фільтрі накривають аркушем фільтрувального паперу, злегка змоченим дистильованою водою. Краї паперу притискають до зовнішньої поверхні лійки й обривають надлишок паперу. Лійку з фільтром уміщують у сушильну шафу на 20 – 30 хв., нагрівають до 90 – 105°C та трохи підсушують. Просушування при більш високій температурі призведе до зуглення та руйнування фільтра при вийманні його з лійки. Повне висушування фільтра неприпустиме, оскільки при згортанні сухого фільтра з осадом можливі втрати речовини. Окрім того, вологий фільтр із осадом легше згортати при підготовці його до спалювання.

Якщо осад не буде прожарений у той же день, то сушити його у сушильній шафі не потрібно, оскільки він встигне висохнути при кімнатній температурі. Якщо осад дуже висушений, то його злегка змочують кілько-

ма краплями дистильованої води.

Фільтр з осадом дістають із лійки і згортають так, як показано на рисунку 10, потім переносять у прожарений до постійної маси тигель. Усі операції проводять дуже обережно, щоб не втратити осад.

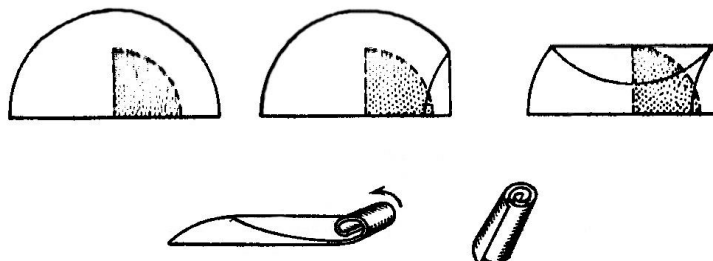
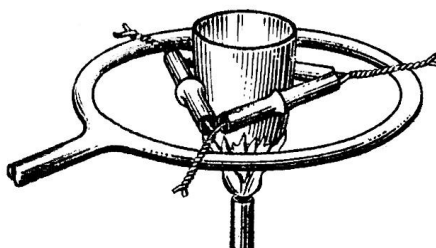


Рис. 10. Згортання фільтра з осадом

Тигель із фільтром уміщують у фарфоровий трикутник на кільці штатива (рис. 11) і слабо нагрівають на невеликому полум'ї пальника, щоб осад був повністю висушений. Нагрівання повинне бути слабким, щоб у випадку дуже вологого фільтра не було кипіння й розбризкування рідини в середині тигля.

Рис. 11. Прожарювання тигля на пальнику



Нагрівання підсилюють тільки після припинення виділення пари. На сильному полум'ї фільтр озолують, при цьому він має тліти, але не горіти. При горінні фільтра частки осаду можуть бути підхоплені потоком гарячих газів і винесені з тигля, що призведе до втрати осаду. Якщо фільтр загорівся, потрібно накрити його на деякий час кришкою та почекати, поки полум'я згасне.

Коли фільтр перестане диміти, полум'я збільшують. Тигель у трикутнику кладуть похило (рис. 12) для збільшення доступу повітря і час від часу повертають його тигельними щипцями так, щоб вигорів наліт продуктів осмолення на стінках тигля.

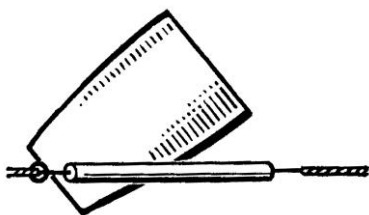


Рис. 12. Положення тигля при спалюванні обвугленого фільтра

Коли весь наліт вигорить й осад стане майже білим, тигель переносять тигельними щипцями у муфельну піч і прожарюють 30 – 40 хв. Потім виймають тигель з муфельної печі щипцями та ставлять на азбестоцементну або керамічну плитку. Після того як тигель трохи охолоне і зникне червоний колір розжареного тигля, його ставлять у ексикатор для охолодження не менше ніж на 1 год. Після повного охолодження (коли температура тигля й аналітичних ваг буде однаковою) тигель зважують. Прожарювання тигля з осадом проводять до постійної маси (не менше від двох разів).

5. Зважування вагової форми

Висушений або прожарений тигель із ваговою формою зважують на аналітичних вагах. Якщо різниця результатів двох паралельних зважувань буде не більшою від 0,0002 г, то прожарювання вважають закінченим. В іншому разі прожарювання тигля повторюють доти, поки маса тигля не стане постійною, тобто різниця між паралельними зважуваннями не буде перевищувати $\pm 0,0002$ г.

6. Обчислення результатів аналізу

Спочатку обчислюють масу вагової форми (**b**):

$$\mathbf{b} = \mathbf{m}_2 - \mathbf{m}_1,$$

де \mathbf{m}_1 – маса порожнього прожареного тигля, г;

\mathbf{m}_2 – маса тигля з ваговою формою після прожарювання, г.

Потім обчислюють:

а) масу сульфат-іонів (\mathbf{m}_{SO_4}) у аліквоті \mathbf{V}_A водної витяжки ґрунту:

$$\mathbf{m}_{\text{SO}_4} = \mathbf{b} \cdot \mathbf{F}_{\text{SO}_4/\text{BaSO}_4},$$

де $\mathbf{F}_{\text{SO}_4/\text{BaSO}_4}$ – аналітичний множник (фактор) гравіметричного аналізу (0,4116);

б) масу сульфат-іонів (ΣSO_4) у всій водній витяжці ґрунту \mathbf{V} , що відповідає зваженій наважці ґрунту \mathbf{a} :

$$\mathbf{V}_A \quad - \quad \mathbf{m}_{\text{SO}_4}$$

$$\mathbf{V} \quad - \quad \Sigma \text{SO}_4$$

$$\Sigma \text{SO}_4 = \frac{V \cdot m_{\text{SO}_4}}{V_A}$$

в) уміст сульфат-іонів у 1000 г (1 кг) ґрунту:

$$a \quad - \quad \Sigma \text{SO}_4$$

$$1000 \quad - \quad X$$

$$X = \frac{\Sigma \text{SO}_4 \cdot 1000}{a}$$

Для перерахунку сульфат-іонів на сульфатну кислоту у виразі мг/кг одержаний результат множать на 1,021 і на 1000.

**Санітарно-хімічні показники безпечності та якості питної води
відповідно до Держаних санітарних норм і правил „Гігієнічні
вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною”
(ДСанПін 2.2.4-171-10)**

| Найменування показників | Одиниці вимірювання | Нормативи для питної води | | |
|---|--|---|---------------------------------|--|
| | | водопровідної | з колодязів та каптажів джерел* | фасована, з пунктів розливу та бюветів |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| 1. Органолептичні показники | | | | |
| Запах, не більше ніж: при 20°C при 60°C | бали | 2 | 3 | 0 (2)** |
| | | 2 | 3 | 1 (2)** |
| Кольоровість, не більше ніж | градуси | 20 (35) ¹ | 35 | 10 (20)** |
| Каламутність, не більше ніж | нефелометрична одиниця каламутності (1 НОК = 0,58 мг/дм ³) | 1,0 (3,5) ¹ 2,6 (3,5) ¹ для підземного вододжерела | 3,5 | 0,5 (1)** |
| Смак та присмак, не більше ніж | бали | 2 | 3 | 0 (2)** |
| 2. Фізико-хімічні показники | | | | |
| а) неорганічні компоненти | | | | |
| Водневий показник | одиниці рН | 6,5 – 8,5 | 6,5 – 8,5 | 6,5 – 8,5 більше ніж 4,5 для газованої питної води |
| Продовження таблиці 1 | | | | |
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Діоксид вуглецю | % | не визначається | не визначається | 0,2 – 0,3 для слабогазованої 0,31 – 0,4 для се- |

| | | | | |
|---|-----------------------|--------------------------|--------------------|---|
| | | | | редньогазованої > 0,4 для сильно- газованої |
| Залізо загальне, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,2 (1,0) ¹ | 1,0 | 0,2 |
| Загальна жорсткість, не більше ніж | ммоль/дм ³ | 7,0 (10,0) ¹ | 10,0 | 7,0 |
| Загальна луж- ність, не більше ніж | ммоль/дм ³ | не визначається | не визначається | 6,5 |
| Йод, не більше ніж | мкг/дм ³ | не визначається | не визначається | 50 |
| Кальцій, не більше ніж | мг/дм ³ | не визначається | не визначається | 130 |
| Магній, не більше ніж | мг/дм ³ | не визначається | не визначається | 80 |
| Марганець, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,05(0,5) ¹ | 0,5 | 0,05 |
| Мідь, не більше ніж | мг/дм ³ | 1,0 | не визначається | 1,0 |
| Поліфосфати, не більше ніж (за PO_4^{3-}) | мг/дм ³ | 3,5 | не визначається | 0,6 (3,5)** |
| Сульфати, не більше ніж | мг/дм ³ | 250 (500) ¹ | 500 | 250 |
| Сухий залишок, не більше ніж | мг/дм ³ | 1000 (1500) ¹ | 1500 | 1000 |
| Хлор залишко- вий вільний, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,5 | 0,5 | 0,05 |
| Хлориди, не більше ніж | мг/дм ³ | 250 (350) ¹ | 350 | 250 |

Продовження таблиці 1

| | | | | |
|--------------------------|--------------------|-----|--------------------|------|
| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Цинк, не біль- ше ніж | мг/дм ³ | 1,0 | не визначається | 1,0 |
| б) органічні компоненти | | | | |
| Хлор залишко- | мг/дм ³ | 1,2 | 1,2 | 0,05 |

| | | | | |
|---|--------------------|--------------------------|--------------------|--------------------------|
| вий зв'язаний, не більше ніж | | | | |
| Нафтопродукти, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,1 | не визначається | 0,01 |
| Поверхнево ак- тивні речовини аніонні, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,5 | не визначається | 0,05 |
| Феноли леткі, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,001 | не визначається | 0,0005 |
| Хлорфеноли, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,0003 | не визначається | 0,0003 |
| 3. Санітарно-токсикологічні показники | | | | |
| а) неорганічні компоненти | | | | |
| Алюміній, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,20 (0,50) ² | не визначається | 0,1 |
| Амоній, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,5 (2,6) ¹ | 2,6 | 0,1 ¹ (1,2)** |
| Берилій, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,0002 | не визначається | 0,0002 |
| Бор, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,5 | не визначається | 0,5 |
| Кадмій, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,001 | не визначається | 0,001 |
| Кобальт, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,1 | не визначається | 0,1 |
| Кремній, не більше ніж | мг/дм ³ | 10 | не визначається | 10 |
| Миш'як, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,01 | не визначається | 0,01 |

Продовження таблиці 1

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--------------------------|--------------------|------|--------------------|------|
| Натрій, не більше ніж | мг/дм ³ | 200 | не визначається | 200 |
| Нікель, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,02 | не визначається | 0,02 |

| | | | | |
|--|--------------------|---|--------------------|---|
| Нітрати, не більше ніж (по NO_3^-) | мг/дм ³ | 50 | 50 | 10 (50)** |
| Нітрити, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,5 (0,1) ³ | 3,3 | 0,5 (0,1) ⁴ |
| Озон залишковий | мг/дм ³ | 0,1 – 0,3 | не визначається | не визначається |
| Ртуть, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,0005 | не визначається | 0,0005 |
| Селен, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,01 | не визначається | 0,01 |
| Свинець, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,01 | не визначається | 0,01 |
| Срібло, не більше ніж | мг/дм ³ | не визначається | не визначається | 0,025 |
| Стронцій, не більше ніж | мг/дм ³ | 7,0 | не визначається | 7,0 |
| Сурма, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,005 | не визначається | 0,005 |
| Фториди, не більше ніж | мг/дм ³ | для кліма- тичних зон IV – 0,7 III – 1,2 II – 1,5 | 1,5 | 1,5 ⁵ для кліма- тичних зон IV – 0,7 III – 1,2 II – 1,5 |
| Хлорити, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,2 | не визначається | не визначається |
| Хром загальний, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,05 | не визначається | 0,05 |
| Ціаніди, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,05 | не визначається | 0,05 |

Продовження таблиці 1

| 1 | 2 | 3 | 4 | 5 |
|--------------------------------|---------------------|-------|--------------------|-------|
| б) органічні компоненти | | | | |
| Бенз(а)пірен, не більше ніж | мкг/дм ³ | 0,005 | не визначається | 0,002 |
| Бензол, | мг/дм ³ | 0,001 | не | 0,001 |

| | | | | |
|---|---------------------|--------|-----------------|-----------------------|
| не більше ніж | | | визначається | |
| Дибромхлор-метан, не більше ніж | мкг/дм ³ | 10 | не визначається | 1 |
| 1,2-Дихролетан, не більше ніж | мкг/дм ³ | 3 | не визначається | 0,3 |
| Пестициди ^{6,7} , не більше ніж | мг/дм ³ | 0,0001 | не визначається | 0,0001 |
| Пестициди ^{6,8} , не більше ніж | мг/дм ³ | 0,0005 | не визначається | 0,0005 |
| Поліакриламід залишковий, не більше ніж | мг/дм ³ | 2,0 | не визначається | 0,2 |
| Тетрахлорвуглець, не більше ніж | мкг/дм ³ | 2 | не визначається | 0,2 |
| Трихлоретилен та тетрахлоретилен (сума), не більше ніж | мкг/дм ³ | 10 | не визначається | 1 |
| Формальдегід, не більше ніж | мг/дм ³ | 0,05 | не визначається | 0,05 |
| Хлороформ, не більше ніж | мг/дм ³ | – | не визначається | 6 |
| в) інтегральні показники | | | | |
| Перманганатна окиснюваність, не більше ніж | мг/дм ³ | – | 5 | 2,0 (10) ⁴ |
| Загальний органічний вуглець, не більше ніж | мг/дм ³ | 10*** | не визначається | 3,0 |

*Каптаж джерела – інженерна водозабірна споруда, призначена для збирання джерельної води в місцях її довільного виходу на поверхню, до складу якої входять камери каптажу (приймальна та освітленої води), каптажне приміщення або павільйон.

**Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для питної води фасованої газованої, питної води з пунктів розливу та бюветів.

***Не визначається на підприємствах питного водопостачання з об'ємом виробництва питної води менше ніж 10 000 м³ на добу.

¹ – Норматив, зазначений у дужках, має право використовувати

підприємство питного водопостачання до 1 січня 2020 року в окремих випадках, пов'язаних з особливими природними умовами та технологією підготовки питної води, що не дає змоги довести якість питної води до жорсткішого нормативу, про що повинно бути зазначено у технологічному регламенті або іншому документі з описом технологічного процесу виробництва питної води.

² – Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для питної води, обробленої реагентами, що містять алюміній.

³ – Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для обробленої питної води.

⁴ – Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для негазованої питної води.

⁵ – Норматив, зазначений у дужках, встановлюється виключно для питної води фасованої газованої, питної води з пунктів розливу та бюветів.

⁶ – Пестициди включають органічні інсектициди, органічні гербіциди, органічні фунгіциди, органічні нематодоциди, органічні аскарациди, органічні альгециди, органічні ротентициди, органічні слімициди, споріднені продукти (серед них регулятори росту) і їх метаболіти, продукти реакції та розпаду. Перелік пестицидів, що визначаються у питній воді, встановлюється в кожному конкретному випадкові та повинен включати тільки ті пестициди, що можуть знаходитись у джерелі питного водопостачання.

⁷ – Норматив для кожного окремого пестициду. В разі наявності у джерелі питного водопостачання алдрину, діелдрину, гептпхлориду та гептпхлорепоксиду їх уміст у питній воді повинен становити не більше ніж 0,03 мкг/дм³ для кожної з цих речовин.

⁸ – Сума пестицидів визначається як сума концентрацій кожного окремого пестициду.

**Показники фізіологічної повноцінності
мінерального складу питної води відповідно до Держаних
санітарних норм та правил „Гігієнічні
вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною”
(ДсанПін 2.2.4-171-10)**

| № | Найменування показників | Одиниці вимірювання | Нормативи |
|---|-------------------------|-----------------------|-----------|
| 1 | Сухий залишок | мг/дм ³ | 200 – 500 |
| 2 | Загальна жорсткість | ммоль/дм ³ | 1,5 – 7,0 |
| 3 | Загальна лужність | ммоль/дм ³ | 0,5 – 6,5 |
| 4 | Кальцій | мг/дм ³ | 25 – 75 |
| 5 | Магній | мг/дм ³ | 10 – 50 |
| 6 | Калій | мг/дм ³ | 2 – 20 |
| 7 | Натрій | мг/дм ³ | 2 – 20 |
| 8 | Фториди | мг/дм ³ | 0,7 – 1,2 |
| 9 | Йод | мг/дм ³ | 20 – 30 |

Правила роботи на фотометрі КФК – 3 МП

Перед початком вимірювань необхідно ознайомитися з порядком роботи на фотометрі КФК – 3 МП (рис. 13).

1. Вимірювання починають через 30 хв. після вмикання приладу, **при цьому кришка кюветного відділення 3 повинна бути відкритою**. Кювету з розчинником або контрольним розчином установлюють в далеке гніздо кюветотримача, а кювету з досліджуванним розчином – у близьке гніздо кюветотримача. У світловий пучок уводять кювету з розчинником (ручка 2) – вліво до упору.

2. Установлюють ручкою 1 довжину хвилі, на якій проводять вимірювання розчину. Довжина хвилі висвітиться на верхньому цифровому табло.

3. При закритій кришці кюветного відділення натискають клавішу “Г”. На нижньому цифровому табло зліва від миготливої коми висвітиться символ “Г”. Натискають клавішу “Е”. Зліва від миготливої коми засвітиться символ “Е”, а **справа від миготливої коми** – відповідно значення “0,000 ± 0,002”, яке означає, що початковий відлік оптичної густини (0,000) встановився на фотометрі правильно.

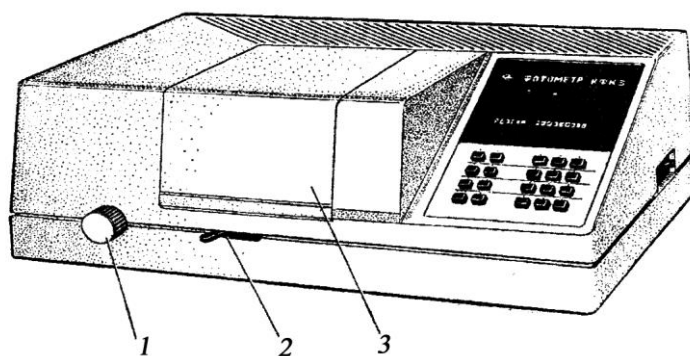


Рис. 13. Загальний вигляд фотометра КФК – 3 МП:

1 – ручка встановлення довжини хвилі; 2 – ручка кюветотримача;
3 – кришка кюветного відділення

Якщо відлік установився з великим відхиленням, натискають на клавіші “Г”, “Е” повторно, витримавши невелику паузу (3 – 5 сек.).

Відкривають кришку кюветного відділення 3 і натискають клавішу НУЛЬ, закривають кришку, натискають клавішу “Е”.

4. Потім ручку 2 встановлюють управо до упору, при цьому в світло-

вий пучок уводиться кювета з досліджуваним розчином. Відлік на світловому табло справа від миготливої коми відповідає оптичній густині досліджуваного розчину.

Відкривають кришку кюветного відділення 3 і перекладають ручку 2 вліво до упору.

5. Повторюють операції за пунктами 3 і 4 тричі, обчислюють середнє арифметичне значення оптичної густини.

Побудова калібрувального графіка

У пронумерованих мірних колбах відповідно до методики готують серію розчинів з відомими концентрацією або градусами кольоровості.

Одну кювету заповнюють розчином порівняння, другу – розчином із мірної колби № 1.

Кювету заповнюють вище від мітки й старанно витирають бічні поверхні фільтрувальним папером, при цьому не можна торкатися пальцями поверхні кювети нижче від мітки.

Вимірюють оптичну густину розчину в кюветі із заданою товщиною поглинаючого шару і при вказаній довжині хвилі. Оптичну густину вимірюють 3 – 4 рази й обчислюють її середнє значення. Всі результати вимірювань записують у робочий журнал у таку таблицю:

| № колби | С або градуси кольорності | E_1 | E_2 | E_3 | $E_{\text{сер.}}$ |
|---------|---------------------------|-------|-------|-------|-------------------|
| 1 | | | | | |
| 2 | | | | | |
| 3 | | | | | |
| 4 | | | | | |
| 5 | | | | | |
| і т.д. | | | | | |

Потім уміст кювети з розчином з мірної колби № 1 виливають, тричі обполіскують кювету розчином із колби № 2 і заповнюють її цим розчином. У такий спосіб вимірюють оптичну густину всіх приготовлених розчинів.

На міліметровому папері будують калібрувальний графік, відкладаючи на осі абсцис концентрацію С або градуси кольорності, а на осі ординат – величину оптичної густини Е.

Вимірювання рН

Знімають з допоміжного електрода гумову пробку і ковпачок. Установлюють перемикачі іонометру в положення „t” і „-1-19”. Вмикають іонометр у електричну мережу і тумблер у положення „Вкл.”. Прилад прогрівають 30 хв.

Злегка піднімають стаканчик з електродами, відсувають столик, промивають електроди дистильованою водою з промивалки. Залишки води з електродів видаляють шматочками фільтрувального паперу.

Наливають досліджуваній розчин у стаканчик до половини об'єму і занурюють у нього електроди.

Після цього послідовно натискають кнопки приладу „Катионы, анионы”, „рХ” і „-1-19”.

Помічають положення стрілки на шкалі „-1-19” і натискають кнопку відповідного діапазону. Якщо показання за шкалою „-1-19” виявляться між цифрами 8 – 9, то слід натиснути кнопку діапазону 4 – 9.

Записують показання стрілки за шкалою „0 – 5” і додають до нього початкову цифру вибраного діапазону.

Промивають електроди дистильованою водою не менше від 3-ох разів. Вмикають прилад тумблером. Закривають допоміжний електрод пробкою і ковпачком. Занурюють електроди у дистильовану воду. Відтискають усі кнопки, крім „t” і „-1-19”.

Використана література

1. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Карабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища. – К.: Либідь, 1996. – 302 с.
2. Комунальна гігієна. / Є.Г. Гончарук, В.Г. Бардов, С.І. Гаркавий, О.П. Яворовський та ін.; За ред. Є.Г. Гончарука. – К.: Здоров'я, 2003. – 728 с.
3. Сергеев Е.М., Голодовская Г.А. и др. Грунтоведение. – М.: Изд-во Моск. ун-та, 1971. – 595 с.
4. Алемасова А.С., Луновой К.С. Экологическая аналитическая химия: учебное пособие. – Донецк: ДонНУ, 2010. – 271 с.
5. Державні санітарні норми та правила „Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної до споживання людиною” (ДСанПіН 2.2.4 – 171 – 10). Затверджені наказом МОЗ України від 12.05.2010 № 400, зареєстровано Мін'юстом України наказом від 01.07.2010 за № 452/17747.

| | |
|---|----|
| ПЕРЕДМОВА | 3 |
| 1. ОСНОВНІ ПРАВИЛА РОБОТИ В ХІМІЧНІЙ ЛАБОРАТОРІЇ | 4 |
| 1.1. Загальний порядок роботи. | 4 |
| 1.2. Правила техніки безпеки | 5 |
| 1.3. Перша допомога при опіках і отруєннях. | 7 |
| 2. ХІМІЧНИЙ СКЛАД ТА АНАЛІЗ ОБ'ЄКТІВ ПРИРОДНОГО СЕРЕДОВИЩА | 9 |
| 2.1. Повітря | 9 |
| Лабораторна робота № 1. Гравіметричний метод визначення зваже- них часток пилу в атмосферному повітрі. | 10 |
| 2.2. Ґрунти | 13 |
| Лабораторна робота № 2. Визначення вмісту сульфат-іонів у водній витяжці ґрунту. | 15 |
| 2.3. Природні води | 16 |
| Лабораторна робота № 3. Визначення загальної жорсткості, іонів Ca²⁺ та лужності води. | 19 |
| Лабораторна робота № 4. Визначення запаху, смаку, кольоровості та рН води. | 21 |
| Лабораторна робота № 5. Визначення загального заліза у воді. | 24 |
| Лабораторна робота № 6. Визначення вмісту нітратів у воді. | 25 |
| ДОДАТКИ. | 28 |
| Додаток А. Порядок роботи на аспіраторі | 28 |
| Додаток Б. Операції гравіметричного аналізу. | 29 |
| Додаток В. | |
| Таблиця 1. Санітарно-хімічні показники безпечності та якості пит- ної води відповідно до Держаних санітарних норм і правил „Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання лю- диною” (ДсанПін 2.2.4-171-10). | 39 |
| Таблиця 2. Показники фізіологічної повноцінності мінерального складу питної водивідповідно до Держаних санітарних норм та пра- вил „Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною” (ДсанПін 2.2.4-171-10). | 45 |
| Додаток Г. Правила роботи на фотометрі КФК – 3 МП. | 46 |
| Додаток Д. Побудова калібрувального графіка. | 48 |
| Додаток Ж. Вимірювання рН. | 49 |
| Використана література. | 50 |

Бунякіна Наталія Володимирівна
Стороженко Дмитро Олексійович
Дрючко Олександр Григорович

**Лабораторний практикум
із санітарно-хімічного аналізу**

Редактор Н.В. Жигилій
Комп'ютерна верстка Бунякіна Н.В.

Друк. RISO
обл.-вид. арк. 12,2

Поліграфічний центр
Полтавського національного технічного університету
імені Юрія Кондратюка
36601, Полтава, пр. Першотравневий, 24
Свідоцтво про внесення суб'єкта видавничої справи
до державного реєстру видавців, виготівників і
розповсюджувачів видавничої продукції
Серія ДК № 3130 від 06.03.08