

**Державний вищий навчальний заклад  
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”  
Кафедра теоретичної та прикладної хімії**

**Методичні вказівки і інструкція  
до виконання лабораторної роботи з курсу  
“Хімічна експертиза”**

**Лабораторна робота №2**

**Оцінка якості води у водоймищах  
населених пунктів**

Затверджено на засіданні кафедри **теоретичної та прикладної хімії**  
(протокол № від “30” серпня 2017 р.)

Завідувач кафедрою \_\_\_\_\_ Миронюк І.Ф.

Підготувала доцент \_\_\_\_\_ Федорченко С.В.

**Івано-Франківськ  
2017**

В даних методичних вказівках описана лабораторна робота, виконання якої дозволить студентам використати певні аналітичні уміння та знання для формування навичок вимірювання параметрів навколишнього середовища.

Теоретична частина роботи містить відповідний теоретичний матеріал і опрацьовується студентами, в основному, самостійно. Практична частина включає лабораторну роботу, при виконанні яких студент ознайомлюється з апаратурою, технікою виконання аналізу. Особлива увага приділяється описанню техніки хімічного експерименту, розбору умов проведення реакцій, методикам визначення, правилам та способам розрахунків.

### **Порядок виконання лабораторних робіт.**

1. Опрацювати перед виконанням лабораторної роботи рекомендовану літературу і скласти відповідний запис, який включає короткі теоретичні відомості, характеристику апаратури, приладів, методика виконання аналізу, хімізм процесу. Зрозуміти мету роботи і методику її виконання.
2. Ознайомитися з інструкцією з техніки безпеки при роботі в лабораторії.
3. Захистити перед виконанням лабораторної роботи практичну частину даної роботи – отримати “допуск”, який передбачає знання апаратури, хімізму процесу і, особливо, методики виконання аналізу.
4. Приготувати у чіткій відповідності з методикою необхідні прилади, матеріали, реактиви і посуд.
5. Отримати у викладача дозвіл на включення приладу.
6. Виключити по закінченню роботи прилад, привести в порядок і здати робоче місце лаборанту.
7. Скласти після виконання лабораторної роботи звіт про виконану роботу: записати експериментальні дані, провести їх обробку, навести графіки на міліметровому папері, зробити висновки.
8. Захистити виконані та оформлені роботи разом з відповідними теоретичними питаннями перед викладачем.

### **Запитання для допуску до лабораторної роботи:**

- 1) пояснити, в чому полягає зміст роботи;
- 2) описати фізичні і хімічні взаємодії, які лежать в основі методу;
- 3) описати передбачувану залежність функції, що реєструється від концентрації (об'єму розчину) реагента;
- 4) пояснити принцип роботи вимірювального приладу, назвати його основні вузли;
- 5) пояснити порядок підготовки розчинів;
- 6) викласти послідовність операцій при проведенні вимірів на приладі.

## ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

**1. ТЕМА:** Оцінка якості води у водоймищах населених пунктів

**2. МЕТА:** засвоїти методики визначення основних показників якості води у водоймищах населених пунктів: вмісту завислих речовин, залишку післяпрокалювання та втрат при прокалюванні, забарвленості, прозорості біхроматної окиснюваності, рН.

### 3. ЗМІСТ РОБОТИ

#### 3.1. Визначення вмісту завислих речовин, залишку після прокалювання та втрат при прокалюванні

##### Апаратура, матеріали та реактиви

- 1) Беззольні фільтри.
- 2) Сушильна шафа (105 °С).
- 3) Муфельна піч (600 °С).
- 4) Платинові чи фарфорові тиглі.
- 5) Аналітична вага.
- 6) Мірна колба чи циліндр чи піпетка

##### Хід роботи

Відмірюють піпеткою або мірною колбою 200 мл ретельно перемішаної проби (щоб у ньому було 100-250 мг завислих речовин) і фільтрують через попередньо зважений на аналітичній вазі паперовий фільтр. Осад на фільтрі промивають невеликою кількістю дистильованої води і переносять фільтр з осадом в попередньо доведений до постійної маси та зважений на аналітичній вазі тигель.

Після фільтрування фільтр з осадом підсушують на повітрі, потім - в сушильній шафі при 40-50 °С (30 хвилин) та досушують протягом 1 години при 105 °С до постійної маси. Після висушування фільтр зважують.

Залишок після прожарювання одержують обережним спалюванням фільтра в тиглі і витримкою в муфельній печі при 600 °С до постійної маси (біля 2 годин). Після охолодження в ексикаторі тигель із залишком зважують на аналітичній вазі.

Вміст завислих речовин ( $X$ ), залишок після прожарювання ( $Y$ ) і величину втрат при прожарюванні ( $Z$ ) в мг/л обчислюють за формулами:

$$X = \frac{(m_3 - m_1 - m_2) \times 1000}{V}, \quad (1)$$

$$Y = \frac{(m_4 - m_2) \times 1000}{V}, \quad (2)$$

$$Z = X - Y, \quad (3)$$

де  $m_1$  - маса чистого паперового фільтра, мг;  $m_2$  - маса тигля, мг;  $m_3$  - маса тигля з фільтром і висушеними речовинами, мг;  $m_4$  - маса тигля з прожареним залишком, мг;  $V$ -об'єм проби, взятої для аналізу, мл.

Результати округлюють з точністю до 1 мг/л, а якщо знайдена величина перевищує 1000 мг/л, то до - 10 мг/л.

### 3.2. Визначення забарвленості

Питна вода повинна бути безбарвною. Забарвленість природних вод зумовлена наявністю в ній гуминових речовин, які утворюються в результаті розкладу рослинних залишків і надають воді жовтуватий відтінок. Забарвлення воді можуть також надавати сполуки заліза (жовто-зеленувате забарвлення), квітнучі водорості, завислі речовини. Інших відтінків вода може набувати при забрудненні її стічними водами промислових підприємств. В таких випадках забарвлення води позначають не як "забарвленість", а як "колір" і визначення забарвленості не проводять.

Забарвленість визначають фотометрично та візуально, шляхом порівняння проб досліджуваної води з стандартними, що імітують колір природної води. Забарвленість води повинна бути не більше 20°.

#### Апаратура, матеріали та реактиви

1) Основний стандартний розчин (розчин № 1). До 0,0875 г біхромату калію  $K_2Cr_2O_7$  додають 2,0 г сульфату кобальту (II)  $CoSO_4 \cdot H_2O$  і 1 см<sup>3</sup> сірчаної кислоти, розчиняють в дистильованій воді та доводять до об'єму 1 дм<sup>3</sup>. Розчин відповідає забарвленості 500°.

2) Розбавлений розчин  $H_2SO_4$  (розчин № 2). 1 см<sup>3</sup>  $H_2SO_4$  конц. доводять дистильованою водою до об'єму 1 дм<sup>3</sup>.

3) Фотоелектроколориметр з набором кювет.

4) Колби мірні об'ємом 1000 см<sup>3</sup>.

5) Піпетки мірні об'ємом 1, 5, 10 см<sup>3</sup>.

6) Циліндри Несслера об'ємом 100 см<sup>3</sup>.

#### Приготування шкали забарвленості

Використовують набір циліндрів Несслера, в кожному з яких змішують розчини № 1 і 2 у співвідношеннях, вказаних в 4абл.7.1. Розчини шкали зберігають в темному місці (термін зберігання 1-2 місяці).

Таблиця 7.1.

Співвідношення розчинів для приготування шкали забарвленості.

Розчин № 1, см <sup>3</sup>	0	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14
Розчин № 2, см <sup>3</sup>	100	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86

Забарвленість	0°	5°	10°	15°	20°	25°	30°	40°	50°	60°	70°
---------------	----	----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----	-----

### Хід роботи

В циліндр Несслера відмірюють 100 см<sup>3</sup> профільтрованої досліджуваної води і порівнюють зі шкалою забарвленості, проводячи перегляд зверху на білому фоні.

При визначенні забарвленості за допомогою фотоелектроколориметра, (використовуючи синій світлофільтр (№ 4) та кювети з товщиною шару 5-10 см) попередньо будують калібрувальний графік за шкалою забарвленості порівняно з контрольною («нульовою») пробєю, якою служить дистильована вода. За визначеною оптичною густиною за допомогою калібрувального графіка знаходять величину забарвленості в градусах.

### **3.3. Визначення прозорості**

Прозорість (світлопропускання) визначається максимальною висотою стовпа води, через який ще можна прочитати машинописний текст середньої жирності. Прозорість - це сума мутності та забарвленості.

#### Обладнання

- 1) Спеціальний скляний циліндр проградуирований в міліметрах, з тонким пласким дном, обладнаний нижнім бічним випускним краном.
- 2) Текст з висотою букв шрифту 3,5 мм

#### Хід роботи

Циліндр, під дно якого підкладений добре освітлений текст, наповнюють перемішаною пробєю води до такої висоти, щоб букви, які розглядають зверху, стали погано видимими. Пробу розглядають при розсіяному денному освітленні. Визначення повторюють кілька разів. Записують висоти стовпа води в міліметрах і обчислюють середнє значення.

### **3.4. Визначення біхроматної окиснюваності**

При кип'ятінні проби води з  $K_2Cr_2O_7$  в присутності  $H_2SO_4$  окислюється більшість органічних речовин і деякі неорганічні. Для підвищення повноти окислення органічних речовин можна додати  $Ag_2SO_4$  як каталізатор. Після окислення надлишок  $K_2Cr_2O_7$  визначають титруванням розчином солі Мора -  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \times 6H_2O$ .

#### Апаратура, матеріали та реактиви

- 1) 0,25 н розчин  $K_2Cr_2O_7$ . Розчиняють в дистильованій воді 12,258 г  $K_2Cr_2O_7$  "ч.д.а." (висушеного протягом 2 год при 105 °С) та розбавляють при 20 °С до 1 л.
- 2)  $H_2SO_4$  "ч.д.а." концентрована.

3) 0,25 н розчин солі Мора. Розчиняють 98 г  $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \times 6H_2O$  "ч.д.а." в дистильованій воді, додають 20 мл  $H_2SO_4$  конц. і після охолодження розводять до 1 л дистильованою водою.

Встановлення титру розчину солі Мора. Відбирають 25 мл 0,25 н розчину біхромату калію, розводять дистильованою водою приблизно до 250 мл, додають 20 мл  $H_2SO_4$  конц., перемішують і після охолодження титрують розчином солі Мора, додавши 2-3 краплі розчину ферроїну або 5 крапель розчину N-фенілантранілової кислоти.

4) Індикатори - ферроїн (розчиняють 1,485 г моногідрату 1,10-фенантроліну і 0,695 г  $FeSO_4 \times 7H_2O$  "ч.д.а." в дистильованій воді та розводять до 100 мл.) або N-фенілантранілова кислота (розчиняють 0,25 г реактиву в 12 мл 0,1 н розчину  $NaOH$  і розводять дистильованою водою до 250 мл).

5) Колби термостійкі об'ємом 250 мл (2 шт.) з пришліфованим зворотнім холодильником.

6) Піпетки об'ємом 10, 20, 25 мл.

7) Мірний циліндр об'ємом 250 мл.

#### Хід роботи

Сильно забруднені води розбавляють перед визначенням так, щоб на окислення використовувалось не більше половини доданого  $K_2Cr_2O_7$ .

В колбу відбирають піпеткою 20 мл підготовленої проби води і додають 10 мл 0,25 н розчину  $K_2Cr_2O_7$  та шматочок пемзи (для рівномірного кипіння). Суміш перемішують і обережно приливають до неї 10 мл  $H_2SO_4$  конц., після цього вставляють в колбу пришліфований зворотній холодильник і кип'ятять 10 хвилин. Потім охолоджують (10 хвилин), від'єднують холодильник, додають в колбу 100 мл дистильованої води. До охолодженої суміші додають індикатор (2-3 краплі розчину ферроїну або 5 крапель розчину N-фенілантранілової кислоти) і титрують надлишок біхромату розчином солі Мора до зміни забарвлення індикатора.

Паралельно проводять контрольний дослід з 20 мл дистильованої води.

Біхроматну окислюваність ( $X$ ) в мг  $O_2$ /л вираховують за формулою:

$$X = \frac{(a - b) \times k \times 0,25 \times 8 \times 1000}{V} = \frac{2000(a - b) \times k}{V}, \quad (4)$$

де  $a$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на холостий дослід, мл;  $b$  - об'єм розчину солі Мора, витрачений на титрування проби, мл;  $k$  - поправочний коефіцієнт для приведення концентрації розчину солі Мора до точно 0,25 н;  $V$  - об'єм проби, взятий для визначення, мл;  
8 - еквівалент кисню.

Як було сказано вище, цим методом можна визначити біхроматну окиснюваність і менш забруднених вод (20-100 мг  $O_2$ /л). Окислення тоді проводять 0,025 н розчином  $K_2Cr_2O_7$ , а наступне титрування 0,025 н розчином

солі Мора. Розрахунок ведуть за тією ж формулою із заміною 0,25 в чисельнику на 0,025.

Точність результатів визначення біхроматної окиснюваності не перевищує  $\pm 10\%$ , і їх відповідно заокруглюють (табл. 7.2). Слід врахувати, що при роботі з 0,025н розчином біхромату калію найменше забруднення колби, холодильника та ін. органічними речовинами приводить до дуже великих помилок.

Таблиця 2.

Заокруглення результатів визначення біхроматної окиснюваності

Діапазон, мг $O_2$ /л	100 – 200	200 – 500	500 – 1000	1000 – 2000
Заокруглення, мг/л	5	10	20	50

### 3.5. Електрометричне визначення рН

Електрометричне визначення  $pH$  із скляним електродом ґрунтується на тому, що зміна значення  $pH$  на одиницю викликає зміну потенціалу цього електрода на 58,1 мВ при 20 °С. Межі лінійної залежності потенціалу електроду від  $pH$  зумовлені властивостями скляного електроду. Результат визначення залежить від температури проби. Вплив температури компенсується спеціальним пристроєм, вмонтованим в прилад.

Електрометричному визначенню не заважають: забарвлення, мутність, зависі, вільний хлор, присутність окисників чи відновників, підвищений вміст солей в пробі. Похибка вимірювання зростає при підвищеному вмісті солей натрію і при  $pH$  більше 10. В таких випадках необхідно користуватися спеціальним електродом чи вводити поправки, вказані в інструкції, яка додається до електрода.

#### Апаратура, матеріали та реактиви

1). Лабораторний  $pH$ -метр (потенціометр) зі скляним електродом вимірювання і хлор-срібним електродом порівняння.

2) Комплект буферних розчинів з відомими значеннями  $pH$ .

#### Хід роботи

Перед початком вимірювання електрод промивають дистильованою водою та досліджуваною водою і занурюють в аналізовану пробу води. Пробу слід попередньо ретельно перемішати. Одночасно з електродами в пробу занурюють термометр для врахування температурних поправок до величини  $pH$ . Вимірюване значення потенціалу скляного електрода відрховується в мілівольтах чи одиницях  $pH$ . Порядок вимірювання зумовлений типом застосовуваного приладу і вказується в інструкціях до нього.

Попередньо необхідно провести калібрування використовуваних електродів за буферними розчинами з відомим значенням  $pH$ . Одержані

результати прийнято заокруглювати до 0,05 - 0,1 одиниці  $pH$  в залежності від типу застосовуваного приладу, вказавши при запису, що вимірювання проводилися електрометричним методом.

## КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Чому є необхідність визначення вмісту сульфатів в об'єктах навколишнього середовища?
2. Чим зумовлений природній вміст сульфатів у поверхневих і ґрунтових водах?
3. Які методи визначення сульфатів в воді і ґрунті найчастіше використовуються в моніторингу цих об'єктів навколишнього середовища?
4. З якою метою використовуються катіоніт КУ-2 в даній лабораторній роботі?
5. Яка будова катіоніту КУ-2? Як відбуваються процеси обміну і регенерації катіоніту КУ-2?

## ЛІТЕРАТУРА

1. Т.В.Алыкова. Химический мониторинг объектов окружающей среды: Монография. - Астрахань: Изд-во Астрах. гос. пед. ун-та, 2002. - 210 с.
2. Унифицированные методы анализа вод. Под ред. Ю.Ю.Лурье - 2-е изд., испр.- М., "Химия", 1973 - 376 с.- С.325-327.
3. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод.- Изд. "Химия", 1966.- с.231.
4. Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах.-Л.: Гидрометеиздат, 1987.
5. Кульский Л.А., Гороновский И.Т.Справочник по свойствам, методам анализа и очистке воды.- Киев: Наукова думка, 1980.
6. Барковский В.Ф., Горелик С.М., Городенцева Т.Б. Физико-химические методы анализа. - М., 1972.
7. Алесковский В.Р., Бардин В.В. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. - Л.: Химия. 1988.
8. Петрухин О. М. Практикум по физико-химическим методам анализа. - М., Химия. 1987.



