

МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ
ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ АВТОНОМНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ
УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ
«СЕВЕРО-КАВКАЗСКИЙ ФЕДЕРАЛЬНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ»

Методические рекомендации

к учебной практике: «ОЗНАКОМИТЕЛЬНАЯ ПРАКТИКА»

для студентов направления подготовки

05.04.06 Экология и природопользование

Направленность (профиль)

"Экологический мониторинг и экологическая безопасность"

Ставрополь, 2026

Содержание

1. Введение
2. Цели и задачи практики
3. Требования к результатам освоения практики
4. Перечень осваиваемых компетенций
5. Обязанности студента-практиканта
6. Обязанности руководителя практики от университета и/или предприятия
7. Структура и содержание практики
8. Задания и порядок их выполнения
9. Форма предоставления отчета по практике
10. Критерии выставления оценок
11. Учебно-методическое и информационное обеспечение практики
12. Приложение.

1. Введение

Цель учебно-методического пособия - помочь студентам при прохождении учебной практики ознакомительная. Используя теоретические знания, полученные при изучении теоретических курсов из модулей «Основы экологии» и «Учение о сферах Земли», студентам необходимо сформировать системный взгляд на окружающую среду и научиться выявлять взаимосвязи между компонентами внутри экосистем разного уровня организации.

2. Цели и задачи практики

Учебная практика направлена на закрепление и углубление теоретической подготовки обучающегося, приобретение им практических навыков и компетенций, их конкретизация и выяснение влияния абиотических и антропогенных факторов на структуру и свойства природно-территориальных комплексов (ПТК) и их компонентов.

Задачи учебной практики

- научить студентов умению сбора, обработки и анализа эколого-географической информации в ходе полевых исследований;
- познакомить с физико-химическими методами исследований компонентов ПТК (воды, воздуха, почв);
- освоить элементы научных исследований в процессе индивидуальных учебно-исследовательских работ.
- сформировать у студентов умения находить зависимость между действием отдельных факторов среды и экологическим состоянием ПТК.

3. Требования к результатам освоения практики

ЗНАТЬ	– основные закономерности действия абиотических факторов на ПТК и их компоненты; – влияние антропогенных факторов на структуру и экологическое состояние ПТК и экосистемы.
УМЕТЬ	– отбирать пробы отдельных компонентов ПТК для дальнейшего их эколого-географического анализа; – анализировать экологическую обстановку; – давать эколого-географическую характеристику территории; - определять качественный состав приземного слоя воздуха, химический состав воды, почв;
ВЛАДЕТЬ	– полевыми и лабораторными физико-химическими методами эколого-географического исследования

4. Перечень осваиваемых компетенций

Учебная ознакомительная практика может проводиться в форме лабораторной и полевой в зависимости от решения поставленных перед студентами задач. Основная часть практики проходит в полевых условиях, где осуществляется знакомство с объектом исследования и проводится сбор полевого материала. В лабораторных условиях осуществляется анализ и обработка собранного материала. В камеральных условиях проходит сбор литературного материала, написание и подготовка отчета.

Учебная ознакомительная практика во 2 семестре (2 недели).

Объектами практики могут быть ПТК и экосистемы г. Ставрополя и его окрестностей, Ставропольского края, КЧР, Адыгеи и других республик СКФО.

Практика осуществляется на базе НУЛ «Экологическая лаборатория исследования окружающей среды».

Отчетность по практике предусмотрена во 2 семестре в виде защиты отчета на кафедре.

5. Обязанности студента при прохождении учебной полевой практики

При прохождении учебной практики обучающиеся студенты обязаны:

- систематически и глубоко овладевать практическими навыками по проведению эколого-географических исследований;
- получить на кафедре консультацию и инструктаж по всем вопросам организации практики, в т.ч. по технике безопасности;
- посещать в обязательном порядке практику и выполнять в установленные сроки все виды заданий, предусмотренных программой практики;
- бережно и аккуратно относиться к мебели, оборудованию, инвентарю, приборам, учебным пособиям, книгам. Обучающимся запрещается без разрешения администрации места прохождения практики выносить предметы и различное оборудование из лабораторий, учебных и других помещений;
- поддерживать чистоту и порядок во всех помещениях, принимать участие в их уборке на началах самообслуживания в установленном в месте прохождения практики;
- при неявке на практику (или часть практики) по уважительным причинам обучающиеся обязаны поставить об этом в известность учебную часть и в первый день явки в университет предоставить данные о причине пропуска практики (или части практики). В случае болезни обучающийся представляет в учебную часть справку установленного образца соответствующего лечебного учреждения;
- систематически вести дневник практики;
- отчет должен составляться по окончании каждого этапа практики и окончательно оформляться в последние дни пребывания студента на месте практики. Отчет должен представлять собой систематическое изложение выполненных работ, иллюстрироваться эскизами, фотографиями. Основу

содержания отчета должны составлять личные наблюдения, критический анализ, выводы и заключения;

- дневник и отчет должны быть полностью закончены на месте практики и там же представлены для оценки руководителю учебной полевой практики;

6. Обязанности руководителя практики:

1. Руководитель практики на кафедре назначается заведующим кафедрой из числа профессоров, доцентов и опытных преподавателей.
2. Руководитель практики отвечает перед заведующим кафедрой, директором института и проректором по учебной работе за организацию и качественное проведение практики и выполнение студентами программы практики.
3. Руководитель практики обеспечивает соблюдение правил охраны труда и техники безопасности при проведении практики, правил трудовой и общественной дисциплины всеми практикантами.

В подготовительный период руководитель обязан:

- Изучить программу и учебно-методическую документацию по практике;
- Спланировать и обеспечить своевременное проведение и оформление всех организационно-подготовительных мероприятий перед выездом студентов на практику (если таковые запланированы): проведение специальных профилактических прививок и медосмотра, проведение инструктажа по технике безопасности с оформлением всех установленных документов, согласовывая все вопросы с отделом охраны труда;
- Ознакомиться с группой студентов, направляемых на практику под его руководством (личными делами, академической успеваемостью, дисциплиной и т.д.) и выявить ее актив;
- Подготовить и провести организационное собрание с группой студентов-практикантов за неделю до начала практики.

На собрании необходимо:

- сообщить студентам точные сроки практики;
- сообщить фамилии и телефоны должностных лиц, занимающихся практикой в университете;
- подробно ознакомить студентов-практикантов с программой практики, выделяя главные вопросы и разъясняя индивидуальные задания;
- сообщить об учебных пособиях, необходимых для выполнения программы практики, указать, где и какая литература может быть получена;
- сообщить требования по ведению дневника и составлению отчета по практике;
- напомнить о документах, необходимых студенту-практиканту в период практики (паспорт, студенческий билет, и другие документы);
- ознакомить студентов с режимом работы на базе практики (распорядок дня, особенности рабочего места и др.);

- определить порядок выезда на базу практики и установить место сбора всей группы в первый день практики;
- информировать студентов о дате подведения итогов практики на кафедре;
- Подготовить проект приказа об организации практики студентов и согласовать его с учебным отделом и другими отделами университета до начала практики;

На заключительном этапе проведения практики:

- проверить и подписать дневники и отчеты студентов;

По окончании практики руководитель обязан:

1. В недельный срок после окончания практики предоставить заведующему кафедрой письменный отчет о проведении практики вместе с замечаниями и конкретными предложениями по совершенствованию практической подготовки студентов.
2. Отчитаться на заседании кафедры о результатах практики, и предоставить в учебный отдел отчет о проведении практики студентов за подписью заведующего кафедрой для сводного отчета по университету в установленные сроки.

7. Задания и порядок их выполнения

Для выполнения полевых работ студентам предлагается использовать ранцевую полевую лабораторию.

Ранцевая полевая лаборатория исследования почвы «РПЛ-почва»

Лаборатория является модификацией ранцевой лаборатории «НКВ-Р», выполненной специально для исследования важнейших показателей состояния почвы и оценки загрязненности объектов в полевых условиях.

Ранцевая лаборатория для полевого исследования почвы (сокращенное наименование «РПЛ-почва») предназначена для определения параметров и химического состава почвенных вытяжек, а также сигнального контроля загрязненности почв водорастворимыми загрязнителями непосредственно в полевых условиях. Измерения выполняются количественными и полуколичественными гидрохимическими методами. При сигнальном экспресс-контроле с применением тест-систем используются индикационные визуально-колориметрические методы.

Благодаря простоте и удобству «РПЛ-почва» может применяться как специалистами, так и неспециалистами, прошедшими краткий курс обучения.

Лаборатория «РПЛ-почва» сформирована по модульному принципу. Каждый модуль позволяет проводить измерения по одному показателю, имея

в составе все необходимое для работы, включая готовые к применению растворы для химического анализа.

Производительность по расходным материалам всех модулей – на 100 анализов по каждому компоненту.

Конструктивные характеристики: масса ранцевой лаборатории – не более 15 кг, объем ранца – 70 л, количество мест (ячеек) для модулей – 14, в том числе в ячейках основной секции – 10.

Конструктивно ранец-укладка лаборатории выполнен с учетом особенностей полевых работ и экспедиционных условий:

- откидывающаяся передняя панель образует столик, открывающий доступ к находящимся в ячейках модулям лаборатории, причем каждый модуль может выниматься и использоваться самостоятельно;
- благодаря применению надежных материалов, элементов жесткости и специальных прокладок содержимое лаборатории защищено от механических повреждений;
- ранец выполнен в водозащищенном исполнении (защита от дождя, снега, но не от погружения в воду);
- имеются защищенные от дождя и грязи отделения для укладки письменных принадлежностей, руководства, методической документации, мелкого экспедиционного снаряжения; небольшие отсеки для личных вещей;
- анатомичная конструкция спины, удобные лямки, наличие поясного ремня и грудной стяжки снижают нагрузку на позвоночник, обеспечивают удобную и безопасную переноску лаборатории; конструкция ранца позволяет использовать типовое дополнительное снаряжение – наружные навесные элементы для крупных и мелких предметов снаряжения, крепящиеся к поясу, лямкам, основному корпусу ранца, а также чехол – защиту от сильного дождя.

•

• **Перечень показателей и состав лаборатории «РПЛ-почва»**

N o	Наименование м дуля (тест- комплекта)	Определяемы е со- единения	Актуальны й показатель	НТД (на метод)	Анализируема я вытяжка	Метод	Диапазо н определ. концент р.
1	«Алюми-ний»	Al^{3+}	Алюминий	ГОСТ 18165	Водная	ВК	0,2–2,0 мг/л и более
2	«Аммоний»	NH_4^+	Аммоний обменный	ГОСТ 26489	Солевая	ВК	0,2–3,0 мг/л и более

3	«Железо»	Сумма Fe^{2+} и Fe^{3+}	Железо общее	—	Водная	ВК	0,1–1,5 мг/л и более
4	«Карбонаты»	CO_3^{2-} , HCO_3^-	Карбонаты и бикарбонаты	ГОСТ 26424	Водная	ТМ	30–1200 мг/л и более
5	«Нитраты»	NO_3^-	Нитраты	ГОСТ 26488	Солевая	ВК	10–50 мг/л и более
6	«Обменная кислотность»	H^+ , Al^{3+} обмен-ный	Обменная кислотность	ГОСТ 26484	Солевая	ТМ	0–2,0 ммоль/л
7	«Общая жесткость»	Ca^{2+} и Mg^{2+}	Кальций и магний	ГОСТ 26428	Водная	ТМ	0,5–20 ммоль/л экв. и более
8	«Общая жесткость»	Ca^{2+} и Mg^{2+}	Кальций и магний обмен-ный	ГОСТ 26487	Солевая	ТМ	0,5–20 ммоль/л экв. и более
9	«Ортофосфаты»	PO_4^{3-} (в пере-счете на P_2O_5)	Соединения фосфора	ГОСТ 26204	Кислотная (уксусной кислотой)	ВК	0–0,2–1,0–3,5–7,0 мг/л (по PO_4^{3-})
10	«pH»	$-\lg[\text{H}^+]$	pH	ГОСТ 26483 ГОСТ 26423	Солевая Водная	ВК	4,5–11,0
11	«Сульфаты»	SO_4^{2-}	Сульфаты	ГОСТ 26426	Водная	ТДМ	30–70 мг/л и более
12	«Хлориды»		Cl^-	Хлориды	ГОСТ 26425	Водная ТМ	20–1200 мг/л и более
13	Комплект тест-систем для быстрого определения загрязненности почвенных вод (сигнальный контроль)		Активный хлор ⁹	Активный хлор	—	Водная	ВК 1,2 – 10 – 100 мг/л
14			NO_3^-	Нитраты	—	Водная	ВК 10–100–1000 мг/л
15			pH	Кислотно-основные загрязнения	—	Водная	ВК 1–2–3–(4–6)–(7–8)–9–10–11–12

16		Ni ²⁺	Никель	—	Водная	ВК	10–100–1000
17		Cu ²⁺	Медь	—	Водная	ВК	5–30–300–1000
18		Cr(IV)	Хром	—	Водная	ВК	3–10–100–1000
19		Fe ²⁺	Железо (2)	—	Водная	ВК	3–30–300
20		Fe ³⁺	Железо (3)	—	Водная	ВК	3–10–100–1000
21		Fe общее	Железо (2) и железо (3)	—	Водная	ВК	50–400–1000
22	Кондукто-метр DIST HANNA Inst.	Электропроводящие соли	Удельная электропроводимость	ГОСТ 26423	Водная	П	1–1999 мкСм/см
23	Комплект принадлежностей		Стаканы п/э на 100 мл – 3 шт.; воронка (d=5 см) – 3 шт.; фильтры «белая лента» (d=9 см) – 3 уп.; штатив на 10 проб. – 2 шт.; термометр (0+50оС); ножницы – 1 шт, сито почвенное – 1 шт. и др.				
24	Руководство		Оценка экологического состояния почвы. Практическое руководство				
25	Паспорт		—				

- Сокращения в таблице: ВК – визуально-колориметрический; ТМ – титриметрический; ТДМ – турбидиметрический; П – приборный.

•
•

• **Стандартизованные методы анализа почв, на основе которых сформирована «РПЛ-почва»**

No		Наименование
1	ГОСТ 26204-91	Почвы. Определение подвижности соединений фосфора и калия по методу Чирикова в модификации ЦИ- НАО
2	ГОСТ 26423-85	Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, pH и плотности остатка водной вытяжки
3	ГОСТ 26424-85	Почвы. Метод определения карбоната и бикарбоната в водной вытяжке
4	ГОСТ 26425-85	Почвы. Методы определения иона хлорида в водной вытяжке
5	ГОСТ 26426-85	Почвы. Методы определения иона сульфата в водной вытяжке

6	ГОСТ 26428-85	Почвы. Методы определения кальция и магния в водной вытяжке
7	ГОСТ 26483-85	Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее pH по методу ЦИНАО
8	ГОСТ 26484-85	Почвы. Метод определения обменной кислотности
9	ГОСТ 26487-85	Почвы. Определение обменного кальция и обменного (подвижного) магния методами ЦИНАО
10	ГОСТ 26488-85	Почвы. Определение нитратов по методу ЦИНАО
11	ГОСТ 26489-85	Почвы. Определение обменного аммония по методу ЦИНАО

НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ С ПОРТАТИВНЫМИ КОМПЛЕКТАМИ (ПОЛЕЗНАЯ ИНФОРМАЦИЯ)

Общие сведения о применении портативных комплектов для химического анализа

Перед тем как приступить к анализу воды химическими методами, необходимо познакомиться с требованиями к выполнению анализов и практически освоить основные аналитические операции. Для этого обычно в лабораторных условиях проводится обучение приемам работы и правилам техники безопасности. При обучении используются растворы реактивов-стандартов, имеющих в своем составе определяемый компонент (катион, анион, функциональные группы) с точно известным значением концентрации целевого компонента. Хорошим объектом для обучения является продающаяся в магазинах минеральная вода с известным химическим составом, данные о котором приводятся, как правило, на этикетке бутылки. Обучение при определении отдельных компонентов проводится под руководством специалиста-аналитика или преподавателя.

Используемые при выполнении анализа растворы, реактивы, посуда и другие компоненты комплекта должны быть предварительно осмотрены. При осмотре проверяют:

- целостность и герметичность упаковки растворов, реактивов;
- соответствие выбранного для использования реактива (раствора) или посуды требованиям методики анализа, наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде, контрольных шкал;
- мерную посуду, пробирки, контрольные шкалы и др. — на отсутствие повреждений.

При транспортировке оборудования для анализа, склянки с реактивами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надежную

доставку комплектов для полевых анализов к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

Ниже приведены несколько общих правил, которые следует учитывать при выполнении определений и подготовке к ним.

Для многих показателей следует учитывать правила отбора и консервации проб.

При выполнении операций бывает необходимо перенести реактивы или растворы из одной емкости в другую. При этом перенести реактив полностью — значит перенести его без видимых остатков в исходной емкости. Такой способ обычно используется при добавлении реактива из капсулы. Перенести реактив куда-либо количественно — значит перенести полностью видимую часть реактива и, обмыв подходящим растворителем внутреннюю поверхность исходной емкости (капсулы, склянки), добавить смывку реактива к основной его порции. Такой способ обычно используется при приготовлении реактивов и растворов из стандарт-титра (фисканала).

Сроки годности реактивов и растворов приведены в описаниях их приготовления. Если в тексте нет сведений о сроке годности раствора, его считают по сроку годности изделия, в котором он используется, причем срок годности устанавливается исходя из сохранения качества раствора (изделия) при условии его хранения при комнатной температуре (т.е. не более 20-25 °С). Следует иметь в виду, что хранение раствора при повышенной температуре (выше 25 °С) приводит к сокращению срока годности; хранение при пониженной температуре (например, в холодильнике), наоборот, позволяет увеличить срок годности и продолжительность возможного использования раствора. Данная особенность объясняется тем, что потеря качества аналитического раствора со временем обусловлена протекающими химическими реакциями, имеющими свойство ускоряться в 2-3 раза при повышении температуры на каждые 10 °С (правило Вант-Гоффа).

Выполнение анализа предполагает иногда использование растворителей и посуды в количествах, которые нецелесообразно включать в состав поставляемых изделий. При приготовлении растворов часто используется дистиллированная вода, которую в данных анализах во многих случаях (за исключением специально оговоренных) можно заменить на чистую прокипяченную маломинерализованную питьевую воду. В некоторых операциях используется также типовая мерная и другая посуда — мерные цилиндры, стаканы, колбы на 0,5 л, на 1 л и т.п., которые обычно имеются в лаборатории.

После проведения анализа мерные склянки и пипетки следует промыть чистой водой, склянки с растворами необходимо герметично закрыть и уложить в складочные контейнеры. Затруднения при закрывании контейнеров обычно свидетельствуют о небрежности при укладке.

Рабочие условия при анализе

Анализы с применением полевых лабораторий «НКВ» и тест-комплектов, согласно результатам метрологической аттестации соответствующих МВИ, выполняются при следующих рабочих условиях:

- диапазон рабочих температур окружающего воздуха — от 10 до 35°C;
- атмосферное давление и относительная влажность воздуха — не регламентируются, т.к. не являются параметрами, значимо влияющими на результат анализа.

П р и м е ч а н и е. При фотометрическом анализе проб ограничения могут быть связаны с рабочими условиями использования фотоэлектроколориметра.

В приведенных условиях отсутствуют требования по температуре проб анализируемой воды, т.к. предполагается, что пробы имеют температуру окружающего воздуха.

Практически вне лабораторных условий вышеприведенные значения температур можно встретить не всегда. Во избежание необоснованных ограничений при оценке допустимости значений рабочих температур при выполнении анализов можно привести несколько практических соображений и факторов, принципиально способных влиять на результат анализа.

Также надо иметь в виду, что скорость большинства химических реакций увеличивается в 2-4 раза при повышении температуры на каждые 10°C (правило Вант-Гоффа). Следовательно, при пониженной температуре в зоне анализа было бы разумно ожидать некоторое замедление завершения реакции, а при повышенной — её ускорение.

Таким образом, вышеприведенные рабочие условия применения унифицированных химико-аналитических методик не сказываются сколько-нибудь заметным образом на скорости и выходе химико-аналитической реакции.

Ограничения по минимальной температуре могут быть легко устранены путем подогрева проб перед анализом (сложнее охладить пробы в условиях повышенной температуры). Ограничения по температуре воздуха не распространяются на условия отбора проб.

О способах выражения концентраций веществ в растворах

В технологии выполнения химических анализов необходимым элементом является приготовление растворов химических веществ. В химическом анализе используются различные растворенные вещества (реагенты, буферные смеси, фиксирующие агенты, консерванты и т.п.) и растворители (вода, этанол и водно-спиртовые смеси, органические экстрагенты). В учебных пособиях, руководствах для химиков-аналитиков, нормативных документах (ГОСТах, РД, МУ) и справочной литературе можно встретить различные способы выражения концентраций. Ниже мы остановимся на некоторых из них, наиболее часто встречающихся, но сначала

приведем краткую информацию по основополагающим единицам измерений, применяющихся при описании различных способов выражения концентраций химических веществ в растворах¹.

Масса вещества обозначается как $m(X)$ (где X — химический символ вещества) и обычно измеряется в граммах или миллиграммах.

За единицу количества вещества $\nu(X)$ принят моль. Масса одного моля вещества называется молярной массой вещества. Последняя обозначается буквой M и измеряется в граммах на моль.

Например, $M(\text{Cu}) = 63,54 \text{ г/моль}$, $M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,08 \text{ г/моль}$.

Наряду с единицей количества вещества используется также единица количества вещества эквивалентов $\nu[(1/z)X]$, определяемая как произведение числа эквивалентности $z(X)$ на количество вещества $\nu(X)$. При этом под эквивалентом подразумевают реальную или условную частицу вещества, которая в конкретной кислотно-основной реакции эквивалентна одному иону водорода, в окислительно-восстановительной реакции — одному электрону. Соответственно, число эквивалентности $z(X)$ определяется исходя из химической формулы вещества и типа химической реакции:

для кислот $z(X)$ равно числу катионов водорода, способных замещаться катионами металлов. Например, $z(\text{HCl}) = 1$; $z(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$;

для гидроксидов $z(X)$ равно числу гидроксигрупп OH^-

Например, $z(\text{NaOH}) = 1$; $z[\text{Al}(\text{OH})_3] = 3$;

для солей $z(X)$ равно числу катионов водорода кислоты, замещенных катионами металла или аммония.

Например, $z(\text{NaCl}) = 1$; $z[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3] = 6$.

Молярная масса эквивалента $M[(1/z)X]$ есть отношение молярной массы $M(X)$ вещества к числу эквивалентности.

Например, $M(1/1\text{HCl}) = 36,46/1 = 36,46 \text{ г/моль}$; $M[1/6\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3] = 399,88/6 = 66,65 \text{ г/моль}$.

Понятие «молярная масса эквивалента» равноценно прежнему «грамм-эквивалент», в современной литературе не используемому.

Молярная концентрация вещества (c) в моль/л — отношение количества растворенного вещества в молях (n) к объему раствора (V) в литрах:

$$c = n/v$$

Молярная концентрация численно равна количеству молей вещества, содержащихся в 1 литре (1000 мл, 1 дм³) раствора.

¹ Способы выражения концентраций химических веществ в международной системе единиц (СИ) приводятся в соответствии с ГОСТ 8.417-2002.

Молярную концентрацию записывают следующим образом: $c(\text{HCl}) = 3 \text{ моль/л}$; $c(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2 \text{ моль/л}$.

Пример. Приготовление 50 мл раствора поваренной соли с молярной концентрацией 0,1 моль/л (т.е. $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$).

Молярная масса NaCl составляет $M(\text{NaCl}) = 58 \text{ г/моль}$. В 1000 мл раствора с концентрацией $c(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ моль/л}$ должно содержаться $n(\text{NaCl}) = 0,1 \text{ моль NaCl}$, или $m(\text{NaCl}) = 5,8 \text{ г}$. В 50 мл раствора должно содержаться $x \text{ г NaCl}$, определяемых по формуле:

$$x = 5,8 \times \frac{50}{1000} = 0,29 \text{ г (290 мг)}.$$

$$1000$$

Навеску в 0,29 г следует поместить в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержимое колбы перемешать до полного растворения соли.

Молярная концентрация эквивалента $c[(1^{\wedge})\text{X}]$ (ранее данная величина называлась нормальностью) есть произведение молярной концентрации $c(\text{X})$ на число эквивалентности данного вещества, т.е. $c[(1^{\wedge})\text{X}] = c(\text{X})^{\wedge}$. Молярная концентрация эквивалента показывает количество вещества эквивалентов (КВЭ), содержащееся в 1 л раствора.

Для многих используемых в химическом анализе растворов (KCl , HCl , NaOH и др.) молярная концентрация эквивалентов веществ совпадает с их молярной концентрацией.

Размерность молярной концентрации эквивалентов вещества записывается в виде «моль/л» («ммоль/л»).

Пример. Приготовление 50 мл раствора сульфата алюминия с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/л (т.е. $c[(1/z)\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] = 1 \text{ моль/л эквивалента}$). Для сульфата алюминия число эквивалентности $z[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3]$ равно 6. $c[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] = 1/6 = 0,167 \text{ моль/л}$.

$M[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] = 342 \text{ г/моль}$ ($27 \times 2 + 32 \times 3 + 16 \times 12 = 342$); следовательно, $m[\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3] = 342 \times 0,167 = 57 \text{ г}$.

Составляем пропорцию: 57 г $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3$ должно содержаться в 1000 мл раствора, $x \text{ г}$ — в 50 мл раствора:

$$57 \times 50$$

$$x = \quad = 2,85 \text{ г}$$

$$1000$$

Следовательно, необходимо отвесить на весах 2,85 г Al_2SO_4 , поместить эту навеску в мерную колбу на 50 мл и долить дистиллированную воду до метки. Содержимое колбы перемешать до полного растворения соли.

Массовая доля (массовый процент, процентная концентрация) (w) в % — отношение массы растворенного вещества (тв) к общей массе раствора, т.е. сумме масс растворенного вещества и растворителя (m):

$$w = \frac{m_{\text{тв}}}{m_{\text{тв}} + m_{\text{р}}} \cdot 100$$

Для разбавленных растворов, имеющих значение плотности, близкое 1 г/см³, часто пользуются такой разновидностью массовой доли, как массовая концентрация, измеряемая в мг/л (г/л, г/дм³ т.п.).

Пример. Приготовление 50 г раствора соли с массовой долей 5% (5%-го раствора). В 100 г раствора содержится 5 г соли, в 50 г раствора содержится — x г соли.

$$\frac{5 \text{ г}}{100 \text{ г}} = \frac{x \text{ г}}{50 \text{ г}}$$

$$x = \frac{5 \cdot 50}{100} = 2,5 \text{ г}$$

Отвесить 2,5 г соли, поместить ее в колбу (стакан) и добавить воды до объема 50 мл. Перемешать до полного растворения соли.

Мольная доля (N) — отношение числа молей данного компонента (n₁) к сумме молей данного компонента и всех других компонентов раствора (растворителя и других растворенных веществ (n₂)):

$$N = \frac{n_1}{n_1 + n_2}$$

Аналогично определяется объемная доля.

Молярная концентрация (B) в моль/кг — отношение количества растворенного вещества в молях (n) к массе растворителя (m):

$$B = \frac{n}{m}$$

Часто встречаются также производные от единиц измерения концентраций: например, мг/л, мг/дм³, мг/см³, мг/мл, ммоль/л, г/мл (титр) и др. Наиболее употребимыми единицами в справочной литературе применительно к оценке содержания примесей в воде (например, значения ПДК) являются мг/л и ммоль/л эквивалента.

Следует отметить изменения в обозначении концентрации солей жесткости. С 2003 г. жесткость воды обозначается как (Ж) и выражается в градусах жесткости (°Ж). Градус жесткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, преимущественно кальция (Ca²⁺) или магния (Mg²⁺), численно равной 1/2 его моля, выраженной в мг/л (ГОСТ Р 52029). Таким образом, вместо использовавшейся ранее размерности общей жесткости ммоль/л следует использовать °Ж, при этом численные значения величины жесткости не изменяются. 1°Ж = 20,04 мг/л [Ca²⁺] или 12,15 мг/л [Mg²⁺].

Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Характеристики проб воды определяются визуальным, органолептическим, визуально-колориметрическим, фотоколориметрическим, титриметрическим, турбидиметрическим и расчетным методами. Характеристики почвенных вытяжек (водных, солевых) определяются путем их анализа с помощью методов, используемых для анализа соответствующих компонентов в воде. Большинство показателей определяются в соответствии с действующими нормативными документами — аттестованными МВИ ЗАО «Крисмас+», а также ПНД Ф 14., РД 52.24...

Органолептические методы

Органолептическая оценка качества воды — обязательная начальная процедура санитарно-химического контроля воды. Ее правильному проведению специалисты придают большое значение. Международные стандарты ИСО 6658 и другие устанавливают специальные требования к дегустаторам (лицам, привлекаемым к органолептической оценке) и методам проведения дегустации.

Органолептические методы используются при определении таких показателей, как запах, вкус, цветность, мутность, концентрация сульфат-ионов (визуально-турбидиметрический метод). При этом человек, выполняющий анализ, должен уметь корректно определять вкус, запах, цвет (цветность), мутность (прозрачность), используя собственные вкусовые ощущения, обоняние и зрение. При определении цвета и мутности следует обеспечивать освещение, достаточное по его характеру, интенсивности и направленности; при определении запаха влияющими факторами являются температура пробы и движение воздуха (наличие ветра).

Титриметрические методы

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объема раствора одного или двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причем концентрация одного из них должна быть точно известна. Раствор, концентрация вещества в котором точно известна, называется титрантом, или титрованным раствором. При анализе чаще всего стандартный раствор помещают в измерительный сосуд и осторожно, малыми порциями, дозируют его, приливая к исследуемому раствору до тех пор, пока не будет установлено окончание реакции. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции происходит стехиометрическое взаимодействие титранта с анализируемым веществом и достигается точка эквивалентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество (моль) титранта точно равно химически эквивалентно количеству (моль) определяемого компонента. Точку эквивалентности определяют, вводя в раствор подходящий индикатор и наблюдая за изменением окраски.

При выполнении анализа титриметрическим методом (карбонат, гидрокарбонат, хлорид, кальций, общая жесткость и др.) проводят в склянках или пробирках вместимостью 15–20 мл, имеющих метки (5 мл, 10 мл, 20 мл)

(рис.1). В процессе титрования раствор перемешивают стеклянной палочкой либовстряхиванием.

При анализе маломинерализованных вод целесообразно применять титрованные растворы с пониженной концентрацией (0,02-0,03 моль/л), которые могут быть получены соответствующим разбавлением более концентрированных титрованных растворов дистиллированной водой.



Рис.1.

Пример. Для разбавления раствора с концентрацией 0,1 моль/л водой для получения раствора с концентрацией 0,02 моль/л необходимо произвести разбавление в соотношении 1:4, для чего смешать 100 мл указанного раствора с 400 мл воды, при этом общее количество полученного разбавленного раствора с нужной концентрацией составит 500 мл.

Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативе.

Требуемые объемы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, мерных пипеток или более простых дозирующих устройств — шприцев, калиброванных капельниц и др. (рис. 2). Наиболее удобны для титрования бюретки с краном.

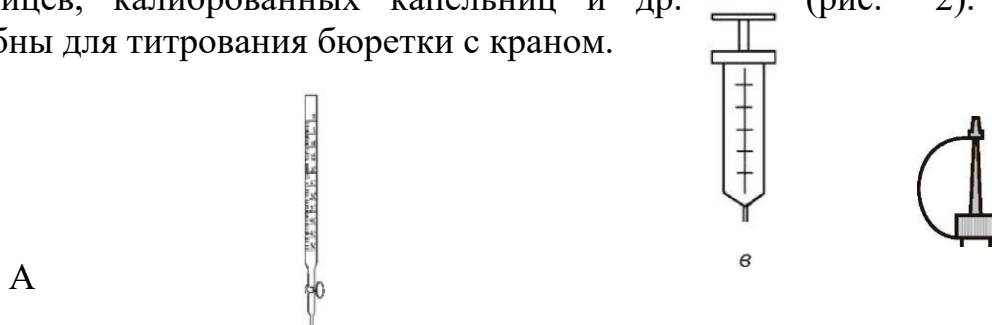


Рис. 2. Средства дозировки растворов: а — бюретка с краном; б — мерная пипетка; в — шприц-дозатор; г — пипетка-капельница простая полимерная; д — капельница-флакон.

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют с резиновой грушей, используя соединительную резиновую трубку. **Запрещается заполнение пипеток растворами путем их**

всасывания ртом! Еще удобнее работать с мерными пипетками, устанавливая их в штатив вместе с медицинским шприцем, герметично соединенным с пипеткой гибкой трубкой (резиновой, силиконовой и т.п.) (рис. 3).

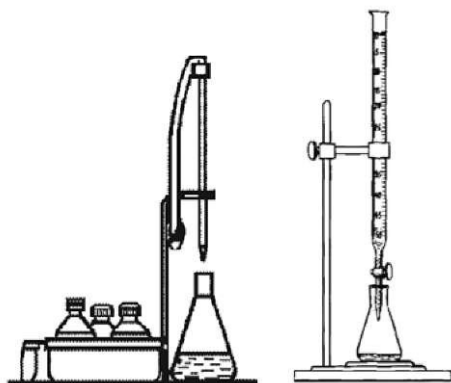


Рис. 3. Установки для титрования в штативах: а — мерная пипетка; б — бюретка с краном

Следует иметь в виду, что измерение объема водного раствора в бюретках, мерных пробирках, мерных колбах проводится по нижнему краю мениска жидкости (в случае водных растворов он всегда вогнут). При этом глаз наблюдателя должен быть на уровне метки. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо знать также, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре 20°C , поэтому для получения точных результатов измерения объемов при использовании пипеток, бюреток и капельниц температура растворов должна быть близка к комнатной. При использовании мерных колб температура раствора должна быть, по возможности, близка к 20°C , т.к. значительная вместимость мерной колбы приводит к заметной ошибке в измерении объема (за счет теплового расширения или сжатия раствора) при отклонениях температуры от 20°C более чем на $2-3^{\circ}\text{C}$.

Для уверенного визуального определения момента окончания титрования в случаях, когда в точке эквивалентности изменяется окраска, окраску титруемой пробы полезно сравнивать с окраской контрольной пробы, которая готовится аналогично титруемой пробе и имеет окраску, соответствующую наиболее удобному для сравнения точке титрования. В качестве такой точки, в зависимости от конкретной методики, выбирается точка: начальная (до начала перехода окраски), конечная (после очевидного завершения перехода окраски), либо промежуточная. Переход окраски в прозрачных растворах лучше проводить на белом фоне (на фоне листа белой бумаги), при наличии мутности — на темном фоне.

Колориметрические методы

Колориметрическим (от английского colour — цвет) называется метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного

изменения потоков видимого света при их прохождении через исследуемый раствор и растворсравнения. Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводится в окрашенное соединение, после чего измеряется интенсивность окраски полученного раствора. При измерении интенсивности окраски проб с помощью прибора фотоколориметра метод называется фотоколориметрическим. Соответственно, при измерении интенсивности окраски визуальным способом (например, оценивая интенсивность окраски сравнительно с каким-либо образцом) метод называется визуально-колориметрическим.

Основной закон колориметрии — закон Бугера-Ламберта-Бера (с ним можно познакомиться подробнее в любом справочнике по колориметрическим методам анализа) записывается следующим образом:

$$A = \lg \frac{I_0}{I} = \epsilon \cdot C \cdot l$$

Где A — оптическая плотность раствора;

I_0 и I — интенсивность светового потока, попадающего на раствор (I_0) и прошедшего через раствор (I);

ϵ — коэффициент светопоглощения (величина, постоянная для данного окрашенного вещества);

C — концентрация окрашенного вещества в растворе;

l — толщина поглощающего свет слоя раствора (длина оптического пути), см.

После обработки и добавления реагентов пробы приобретают окраску. Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. При выполнении анализа визуально-колориметрическим методом (рН, железо общее, фторид, нитрат, нитрит, аммоний, сумма металлов) определение проводится в колориметрических пробирках с меткой «5 мл» либо в склянках с меткой «10 мл».

Колориметрические пробирки представляют собой обычные, широко используемые в лабораториях пробирки из бесцветного стекла диаметром 11–15 мм. Колориметрические пробирки могут иметь несколько меток («5 мл», «10 мл», «20 мл»), показывающих объем (и, следовательно, высоту), до которого следует наполнить пробирку пробой, чтобы обеспечить удобные и близкие условия визуального колориметрирования. Колориметрические пробирки имеют одинаковую форму и диаметр, т.к. от этих величин зависит высота слоя, окрашенного раствора. Аналогично подбираются и склянки для колориметрирования (обычно это стеклянные «пенициллиновые» флаконы диаметром до 25 мм)

При визуальном колориметрировании результат анализа получают путем сравнения окраски пробы с цветовой контрольной шкалой. Приведенные на цветовой контрольной шкале образцы воспроизводят цвет и интенсивность окраски для значений концентрации компонента в пробе,

которые приписаны к данному образцу. Контрольные шкалы выполнены в водозащищенном (ламинированном) исполнении.

Визуальное колориметрирование пробы проводят, располагая колориметрическую склянку или пробирку на белом поле контрольной шкалы и, освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдают окраску раствора сверху. Определяют ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации компонента.



Рис. 4. ???????

Результат анализа представляют в виде:

«мг/л».

значение концентрации по шкале

В случаях, когда окраска раствора-пробы в колориметрической пробирке окажется имеющей промежуточную интенсивность между какими-либо образцами на контрольной шкале, результат анализа записывают в виде:

Если окраска раствора-пробы в колориметрической пробирке окажется интенсивнее крайнего образца на шкале с максимальной концентрацией, результат анализа в этом случае записывают в виде:

«более мг/л».

значение максимальной концентрации по шкале

В случаях, когда анализируемый компонент не подвергается гидролизу при разбавлении раствора, можно выполнить разбавление пробы и затем — визуальное колориметрирование уже разбавленной пробы, имеющей известную степень разбавления. После повторного колориметрирования необходимо ввести поправку на разбавление пробы. Для этого результат анализа умножается на поправочный коэффициент (равен степени разбавления пробы).

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окраски обычно малоустойчивы, поэтому при описании процедур анализа следует придерживаться указанной для данного определения продолжительности операции.

МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ АНАЛИЗОВ

Факторы опасности

Соблюдение и учет требований безопасности при анализах при очевидной простоте соответствующих мер, может показаться, на первый взгляд, излишним неприятным делом. Однако если предполагается работать с химическими веществами, стеклянной посудой и приборами, следует представлять основные факторы опасности. К ним относятся:

- попадание далеко не безвредных химических веществ (возможно, едких, токсичных или вообще незнакомых) и растворов на кожные покровы, слизистые оболочки, в пищеварительный тракт и органы дыхания, а также на одежду, предметы пользования и оборудование. Этот риск может обернуться неприятностями не только для вас самих, но и для ваших коллег, друзей или знакомых;
- порезы и ранения осколками стекла при использовании поврежденной посуды или неумелом обращении с ней;
- электрические поражения при работе с электропотребляющим оборудованием (более актуально для лабораторных условий);
- термические поражения (ожоги) при работе с нагревательными приборами.

Кроме того, при работе в полевых (походных) условиях существует особая группа факторов риска, обусловленная необходимостью учета условий для безопасной жизнедеятельности, в том числе:

- погодных условий (пониженные или повышенные температуры, осадки, ветер) и связанных с ними возможностей заболеваний, снижения работоспособности, ошибок;
- условий реальной местности (неровностей) и возможных травм и порчи оборудования — боя стеклянной посуды, пролива растворов и т.п. при падениях;
- выполнения подготовительных и сопутствующих действий, необходимых для обеспечения жизнедеятельности в походных условиях — таких, как заготовка дров, приготовление пищи, постановка лагеря и т.п., отвлекающих внимание и силы участников от анализов и снижающих аккуратность и точность выполнения операций, что также может привести к отрицательным последствиям.

Общие правила безопасной работы

Список химических реактивов и растворов, используемых при анализах, и их укрупненный состав приведены в тексте каждого определения. Операции при приготовлении растворов и при проведении анализов, создающие факторы риска, требующие осторожности и тщательности, особо помечены в тексте описаний.

Необходимые при выполнении анализов растворы, реактивы и растворители следует содержать в герметично закрываемых стеклянных флаконах и приготавливать с соблюдением правил, предусмотренных для химико-аналитических работ.

Во время работы в полевых и лабораторных условиях необходимо соблюдать следующие общие правила:

- избегать попадания химикатов и растворов на слизистые оболочки (рта, глаз), кожу, одежду;
- не принимать пищу (питье);
- не курить и не пользоваться открытым огнем;
- обращать внимание на герметичность упаковки химикатов (реактивов), а также на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток на склянках;
- избегать вдыхания химикатов, особенно образующих пыль или пары;
- при работе со стеклянной посудой соблюдать осторожность во избежание порезов;
- при отборе растворов пипетками пользоваться закрепленным в штативе шприцем с соединительной трубкой (не втягивать растворы в пипетку ртом!);
- добавление к пробам растворов химических веществ и сухих реактивов следует производить в резиновых перчатках и защитных очках.

Образующиеся при работе отработанные растворы, несмотря на их малые количества, необходимо сливать в отдельную хорошо закрывающуюся склянку и проводить их нейтрализацию растворами щелочей или кислот с концентрацией 5-10% (это удобнее делать в лабораторных условиях или в базовом экспедиционном лагере). Нейтрализацию проводят, добавляя постепенно соответствующие растворы контролируя кислотность раствора по универсальной индикаторной бумажке (до значения pH 6-8).

При применении комплектных лабораторий и тест-комплектов (в особенности в занятиях со школьниками), а также при хранении оборудования следует иметь в виду, что опасные и едкие вещества (четырёххлористый углерод, серная и азотная кислоты, щелочи, растворы солей бария и др.) требуют особого обращения, т.е.:

- хранения в специальном месте, недоступном для неспециалистов (учащихся);

- использования только персоналом, выполняющим работы (самим преподавателем);
- учета при расходовании.

Правила работы с едкими веществами и растворами

При выполнении анализов используются едкие кислоты и щелочи: концентрированные серная и азотная кислоты, сухой гидроксид натрия, а также их растворы; щелочные и кислотные буферные растворы, растворы аммиака, соляной кислоты и др.

Повышенную опасность представляют концентрированные серная и азотная кислоты и 20%-ный раствор гидроксида натрия, обладающие сильным разъедающим действием при попадании на слизистые оболочки, кожные покровы, одежду, обувь, оборудование и т.п. При их попадании на кожу следует быстро промокнуть раствор любым тампоном (ветошь, вата, тряпка и т.п.), место попадания обильно промыть струей воды и вымыть с мылом.

Особенно опасны кислоты и растворы щелочей при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струей воды, 2%-ным водным раствором соды (при попадании кислот) или 3%-ным водным раствором борной кислоты (при попадании растворов щелочей) и срочно обратиться к врачу.

При разбавлении водой концентрированных кислот выделяется большое количество тепла, поэтому разбавление необходимо выполнять осторожно и постепенно, приливая кислоту к воде малыми порциями при непрерывном перемешивании. Выделяющееся тепло можно отводить путем охлаждения раствора, например, в холодной водяной бане (иначе раствор может вскипать и разбрызгиваться). Разбавление кислоты следует проводить в подходящей термостойкой и химически стойкой посуде (например, фарфоровом стакане, колбе из термостойкого стекла).

Аналогичные правила следует соблюдать при растворении сухого гидроксида натрия. В данном случае сухой гидроксид натрия постепенно добавляют в воду при непрерывном перемешивании и охлаждении.

Разбавление концентрированных кислот и растворение гидроксида натрия, а также работа с их растворами должны выполняться на поддонах в средствах индивидуальной защиты (очках, резиновых фартуке и перчатках).

Факторы химической опасности и правила безопасной работы необходимо иметь в виду и при консервации проб растворами кислот.

Правила работы с растворителями

При консервации некоторых проб, а также при выполнении отдельных анализов используются некоторые органические растворители — четыреххлористый углерод, хлороформ, ацетон, гексан.

Четыреххлористый углерод (химическая формула CCl_4) относится к высокоопасным соединениям (2 класс опасности). Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании капельножидкого растворителя на кожные покровы. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны (ПДК_{рз}) паров четыреххлористого углерода составляет 20 мг/м³. Негорюч.

Хлороформ (химическая формула $CHCl_3$) относится к высокоопасным соединениям (2 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров. Оказывает токсическое воздействие на внутренние органы, особенно на печень. ПДК_{ВРЗ} для паров хлороформа составляет 20 мг/м³. Негорюч.

Ацетон (химическая формула CH_3COCH_3) относится к малоопасным соединениям (4 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров и раздражающим и обезжиривающим действием при попадании растворителя на кожные покровы. ПДК_{ВРЗ} для паров ацетона составляет 200 мг/м³. Относится к легковоспламеняющимся жидкостям.

Гексан (химическая формула C_6H_{14}) относится к малоопасным соединениям (4 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров и раздражающим и обезжиривающим действием при попадании растворителя на кожные покровы. ПДК_{ВРЗ} для паров гексана составляет 300 мг/м³. Относится к легковоспламеняющимся жидкостям.

Работать с указанными растворителями и растворами на их основе следует в вытяжном шкафу. Учитывая небольшие количества используемых растворителей при анализе (2 мл четыреххлористого углерода для экстракции пробы воды, 5 мл смешанного водно-ацетонового реактива), можно допустить выполнение анализов с их применением в хорошо вентилируемых помещениях, на открытом воздухе и т.п. При этом следует исключить возможность вдыхания паров растворителей и попадания их в капельножидком виде на кожные покровы и слизистые оболочки.

Отработанные экстракты, содержащие четыреххлористый углерод, хлороформ, гексан, либо законсервированные пробы, содержащие хлороформ, следует помещать в отдельную герметично закрывающуюся склянку и затем сливать в органические отходы (не смешивающиеся с водой), которые собираются и утилизируются в специальном порядке.

Подобные правила необходимо соблюдать также при консервации проб с использованием хлороформа.

При нарушении правил безопасной работы, в случае вдыхания паров растворителя (пары обладают характерным запахом) работы следует немедленно прекратить и проветрить помещение. При попадании капельножидкого растворителя и растворов на его основе на кожные покровы и слизистые оболочки необходимо их сразу же собрать салфеткой, а соответствующий участок промыть теплой водой с мылом.

ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

Общие правила отбора проб

Отбор проб — операция, от правильного выполнения которой во многом зависит точность получаемых результатов. Отбор проб необходимо планировать, намечая точки и глубины отбора, перечень определяемых показателей, количество воды, отбираемой для анализа, совместимость способов консервации проб для их последующего анализа. Чаще всего на водоеме отбираются так называемые разовые пробы. Однако при обследовании водоема может возникнуть необходимость отбора и серий периодических и регулярных проб — из поверхностного, глубинного, придонного слоев вод и т.д. Пробы могут быть отобраны также из подземных источников, водопровода и т.п. Усредненные данные о составе вод дают смешанные пробы.

Общие правила отбора, хранения и транспортирования проб приведены в ГОСТ Р 51592, ГОСТ 17.1.5.05, ГОСТ 24481, ГОСТ 24902, ИСО 5667. Отобранные пробы должны отвечать требованиям репрезентативности, для чего в нормативных документах определены правила и рекомендации (ГОСТ 24481, ГОСТ 17.1.5.05, ИСО 5667-2). Репрезентативной (от англ. representative — представительный, показательный) считается такая проба, которая в максимальной степени характеризует качество воды по данному показателю, является типичной и не искаженной вследствие концентрационных и др. факторов.

Пробы воды для анализа могут отбираться как непосредственно перед анализом, так и заблаговременно. Отбор проб, не предназначенных для анализа сразу же (т.е. отбираемых заблаговременно), производится в герметично закрывающуюся стеклянную или пластмассовую (желательно фторопластовую) посуду вместимостью не менее 1 л.

Для получения достоверных результатов анализ воды следует выполнять, по возможности, скорее. В воде протекают процессы окисления-восстановления, сорбции, седиментации, биохимические процессы, вызванные жизнедеятельностью микроорганизмов и др. В результате некоторые компоненты могут окисляться или восстанавливаться: нитраты — до нитритов или ионов аммония, сульфаты — до сульфитов; кислород может расходоваться на окисление органических веществ т.п. Соответственно могут изменяться и органолептические свойства воды — запах, привкус, цвет, мутность. Для предотвращения изменений пробы в процессе хранения их консервируют, добавляя специальные реагенты в необходимых количествах. Биохимические процессы можно замедлить, охладив воду до температуры 2-5°C (в холодильнике). Но даже консервация проб позволяет их сохранить для анализа лишь на определенное время и в определенных условиях.

Отбор проб с целью определения химического состава воды проводится также при изучении сточных вод, вод и пара котельных установок и др. Подобные работы имеют, как правило, технологические цели, требуют от

оператора специальной подготовки и соблюдения дополнительных правил безопасности.

При отборе проб следует обращать внимание на сопровождавшие отбор проб гидрологические и климатические условия, такие, как осадки и их обилие, паводки, межень и застойность водоема и т.п., и фиксировать эти сведения в протоколе наблюдений.

Посуда для отбора проб должна быть чистой. Чистота посуды обеспечивается предварительным мытьем ее горячей мыльной водой (стиральные порошки и хромовую смесь не использовать!), многократным ополаскиванием чистой теплой водой. В дальнейшем для отбора проб желательно использовать одну и ту же посуду. Сосуды, предназначенные для отбора проб, предварительно тщательно моют, ополаскивают не менее трех раз отбираемой водой и закупоривают стеклянными или пластмассовыми пробками, прокипяченными в дистиллированной воде. Между пробкой и отобранной пробой в сосуде оставляют воздушный объем 5-10 мл. В общую посуду отбирают пробу на анализ только тех компонентов, которые имеют одинаковые условия консервации и хранения.

При анализе воды на некоторые показатели (например, растворенный кислород, фенолы, нефтепродукты) к отбору проб предъявляются особые требования, которые также приводятся при описании процедур соответствующих анализов в разделе 6.

Если анализ выполняется по аттестованной МВИ, в ней обязательно приводятся правила отбора и консервации проб, которые оператор обязан соблюдать. Даты и условия отбора и консервации проб следует обязательно указывать в протоколах наблюдений. В отдельных случаях может составляться отдельный протокол отбора проб.

Отбор проб из водоемов

Различные виды водоемов (водоемков) обуславливают некоторые особенности отбора проб в каждом случае. Рассмотрим основные из них.

Пробы из рек и водных потоков отбирают для определения качества воды в бассейне реки, пригодности воды для пищевого использования, орошения, для водопоя скота, рыболовства, купания и водного спорта, установления источников загрязнения.

Для исследования влияния сброса сточных вод и вод притоков, пробы отбирают выше по течению и в точке, где произошло полное смешение вод. Следует иметь в виду, что загрязнения могут быть неравномерно распределены по потоку реки, поэтому обычно пробы отбирают в местах максимально бурного течения, где потоки хорошо перемешиваются. Пробоотборники помещают вниз по течению потока, располагая на нужной глубине.

Пробы из природных и искусственных озер (прудов) отбирают с теми же целями, что и пробы воды из рек. Учитывая длительность существования озер, на первый план выступает задача мониторинга качества (состава и свойств) воды в течение длительного периода времени — ряда лет. Отбор проб из озер должен быть специально спланирован для получения информации, к которой можно было бы применять статистическую оценку. Слабопроточные водоемы имеют значительную неоднородность воды в горизонтальном направлении. Качество воды в озерах часто сильно различается по глубине из-за термальной стратификации, причиной которой могут быть фотосинтез в поверхностной зоне, подогрев воды, воздействие донных отложений и др. В больших глубоких водоемах может появляться также внутренняя циркуляция.

Следует отметить, что качество воды в водоемах (как озерах, так и реках) носит циклический характер, причем наблюдается суточная и сезонная цикличность. По этой причине ежедневные пробы следует отбирать в одно и то же время суток (например, в 12 часов), а продолжительность сезонных исследований при мониторинге должна быть не менее 1 года, включая исследования серий проб, отобранных в течение каждого времени года. Это особенно важно для определения качества воды в реках, имеющих резко отличающиеся режимы — межень и паводок.

Для отбора проб с нужной глубины на водоеме специалисты используют стандартные батометры либо бутылки вместимостью не менее 1 л, открывающиеся и наполняющиеся на требуемой глубине. В связи с тем, что для анализа полевыми методами по какому-либо одному показателю (за исключением растворенного кислорода и БПК) обычно достаточно 30-50 мл воды, отбор проб непосредственно перед анализом может быть выполнен в колбу вместимостью 250-500 мл (например, из состава комплекта лаборатории, измерительного комплекта и т.п.).

Пробы влажных осадков (дождя и снега) чрезвычайно чувствительны к загрязнениям, которые могут возникнуть в пробе при использовании недостаточно чистой посуды, попадании инородных (не атмосферного происхождения) частиц др. Считается, что пробы влажных осадков не следует отбирать вблизи источников значительных загрязнений атмосферы — например, котельных или ТЭЦ, открытых складов материалов и удобрений, транспортных узлов и др. В подобных случаях проба осадков будет испытывать значительное влияние указанных локальных источников антропогенных загрязнений.

$$4 \times V = \sum T \times H,$$

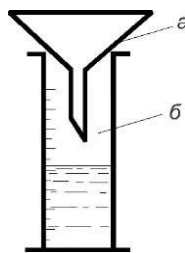


Рис. 5. Прибор для сбора жидких осадков(дождемер):а - воронка;б – мерныйцилиндр.

Образцы осадков собирают в специальные емкости, приготовленные из нейтральных материалов. Дождевая вода собирается при помощи дождемера (рис. 5).

Осадки собираются воронкой с диаметром не менее 20 см и стекают в мерныйцилиндр или в емкость для хранения проб. Расчет количества осадков выполняют при метеорологических наблюдениях, иногда проводимых совместно сизучением химического состава осадков. Количество осадков (h) в миллиметрахпроводится по формуле:

$$h = \frac{V}{D^2} \times \frac{\pi}{4}$$

где V— объем собранной пробы осадков, мл;D— диаметр воронки, см;d — диаметр мерного цилиндра, см;H — высота столба собранной жидкости.

Отбор проб снега обычно проводят, вырезая керны навсю глубину (до земли), причем делать это целесообразно вконце периода обильных снегопадов (в начале марта). Объемснега в переводе на воду можно также вычислить по вышеприведенной формуле, гдеD— диаметр керна.

Пробы грунтовых вод отбирают для определения пригодности грунтовых вод в качестве источника питьевой воды,для технических или сельскохозяйственных целей, для определения влияния на качество грунтовых вод потенциально опасных хозяйственных объектов, при проведении мониторинга загрязнителей грунтовых вод.

Грунтовые воды изучают, отбирая пробы из артезианских скважин, колодцев, родников. Следует иметь в виду, что качество воды в различных водоносных горизонтах может значительно различаться, поэтому при отборепробы грунтовых вод следует оценить доступными способами глубину горизонта, из которого отобрана проба, возможные градиенты подземных потоков,информацию о составе подземных пород, через которые пролегает горизонт.Поскольку в точке отбора пробы могут создаваться концентрации различныхпримесей, отличные от их концентраций в водоносном слое, необходимо откачивать из скважины (или из родника, делая в нем углубление) воду в количестве, достаточном для обновления воды в скважине, водопроводе, углублении и т.п.

Пробы воды из водопроводных сетей отбирают в целях определения общего уровня качества водопроводной воды, поиска причин загрязнения

распределительной системы, контроля степени возможного загрязнения питьевой воды продуктами коррозии и др.

Для получения репрезентативных проб при отборе воды из водопроводных сетей соблюдают следующие правила:

- отбор проб проводят после спуска воды в течение 10-15 мин. — времени, обычно достаточного для обновления воды с накопившимися загрязнителями;
- для отбора не используют концевые участки водопроводных сетей, а также участки с трубами малого диаметра (менее 1,2 см);
- для отбора используют, по возможности, участки с турбулентным потоком — краны вблизи клапанов, изгибов;
- при отборе проб вода должна медленно течь в пробоотборную емкость до ее переполнения.

Консервация проб воды

Даже имея все возможности для полевых анализов, не всегда можно выполнить анализ сразу же после отбора пробы. С другой стороны, свойства анализируемого компонента обуславливают протекающие в пробе физико-химические процессы, приводящие со временем к изменению её состава. Поэтому для отобранных проб указывают предельный срок хранения, либо условия хранения (например, в замороженном виде). В зависимости от предполагаемой продолжительности хранения отобранных проб может возникнуть необходимость в их консервации. Универсального консервирующего средства не существует, поэтому пробы для анализа отбирают в несколько бутылей. В каждой из них воду консервируют, добавляя соответствующие химикаты в зависимости от определяемых компонентов.

В таблице 1 приведены способы консервации, а также особенности отбора и хранения проб воды.

Таким образом, консервация обеспечивает постоянство состава в отношении измеряемого компонента лишь на определенное время, что позволяет доставить пробы к месту анализа — например, в полевой лагерь, а при необходимости — и в специализированную лабораторию.

Таблица 1

Способы консервации, особенности отбора и хранения проб воды (ГОСТ Р 51592-2000)

Даже имея все возможности для полевых анализов, не всегда можно выполнить анализ сразу же после отбора пробы. С другой стороны, свойства анализируемого компонента обуславливают протекающие в пробе физико-

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Алюминий(суммарно)	Полимерный материал	Подкисление до pH менее 2	3 сут.	—
Алюминий(растворенный)	Полимерный материал	Фильтрование на месте отбора проб и подкисление фильтрата до pH менее 2	3 сут.	Растворенные в воде формы алюминия и адсорбированный на взвешенных частицах алюминий допускается определять в одной и той же пробе
Аммиак и ионы аммония (суммарно)	Полимерный материал или стекло	Подкисление серной кислотой до pH менее 2, охлаждение до 2-5 °С	2 сут.	
		Охлаждение до 2-5 °С	6 ч.	
БПК (биохимическое потребление кислорода)	Стекло		24 ч.	
Взвешенные и оседающие вещества	Полимерный материал или стекло		24 ч.	Определение следует проводить как можно скорее. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб

химические процессы, приводящие со временем к изменению её состава. Поэтому для отобранных проб указывают предельный срок хранения, либо условия хранения(например, в замороженном виде). В зависимости от предполагаемой продолжительности хранения отобранных проб может возникнуть необходимость в их консервации. Универсального консервирующего средства не существует, поэтому пробы для анализа

отбирают в несколько бутылей. В каждой из них воду консервируют, добавляя соответствующие химикаты в зависимости от определяемых компонентов.

В таблице 2 приведены способы консервации, а также особенности отбора и хранения проб воды.

Таким образом, консервация обеспечивает постоянство состава в отношении измеряемого компонента лишь на определенное время, что позволяет доставить пробы к месту анализа — например, в полевой лагерь, а при необходимости — и в специализированную лабораторию.

Таблица 2

Способы консервации, особенности отбора и хранения проб воды (ГОСТ Р 51592-2000)

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Вкус, привкус	Стекло		2 ч.	Определение проводят при отсутствии подозрений на бактериальное загрязнение и отсутствие веществ в опасных концентрациях
Водородный показатель (рН)	Полимерный материал или стекло	Транспортирование при температуре ниже температуры отбора проб	6 ч.	Определение следует проводить как можно скорее и предпочтительнее на месте после отбора пробы
Гидразин	Стекло	Подкисление соляной кислотой и хранение в темном месте	24 ч.	
Гидрокарбонаты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	—
Диоксид углерода	Полимерный материал или стекло	—	На месте отбора	—
Железо (суммарно)	Полимерный материал или боросиликатное стекло	Подкисление до рН менее 2	2 сут.	Рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых показателей
Запах	Стекло	Охлаждение до 2-5 °С	6 ч.	Допускается определять на месте отбора

				проб
Кальций и магний	Полимерный материал или стекло		24 ч.	Допускается хранение в течение 48 ч, кроме проб с удельной электропроводностью более 70 мСм/м
		Подкисление до рН менее 2	1 мес.	Не допускается применение серной кислоты
Кислород растворенный	Полимерный материал или стекло			Фиксацию кислорода проводят в соответствии с требованиями конкретных методов определения показателя
	Полимерный материал	Фиксация кислорода при отборе проб и хранение в темном месте	4 сут.	
Кислотность и щелочность	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2 —5 °С	24 ч.	Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб (особенно для проб с высокой концентрацией растворенных газов)
Металлы тяжелые (медь, свинец, цинк)	Полимерный материал или боросиликатное стекло	Подкисление до рН менее 2 (2 мл азотной кислоты на 1 л пробы)	1 мес.	
Мутность и прозрачность	Полимерный материал или стекло		24 ч.	Предпочтительно проводить определение на месте отбора проб
Нефть и нефтепродукты (суммарно)	Стекло	Экстракция (по возможности на месте) и охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	Емкость перед отбором проб должна быть промыта экстрагентом. После отбора проб необходимо добавить экстрагент или провести экстракцию на месте отбора проб
Нитраты	Полимерный материал или стекло	Подкисление до рН менее 2 или	24 ч.	Не допускается применение

		охлаждение до 2-5 °С, или добавление 2-4 мл хлороформа и охлаждение до 2-5 °С		азотной кислоты
		Фильтрование через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и охлаждение до 2-5 °С	48 ч.	Для грунтовых и поверхностных вод
Общая минерализация, сухой остаток	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	
Окисляемость перманганатная	Стекло	Подкисление до рН менее 2 серной кислотой, охлаждение до 2-5 °С и хранение в темном месте	2 сут.	Определение следует проводить как можно скорее
	Полимерный материал	Замораживание до минус 20 °С	1 мес.	
Ортофосфаты (растворенные)	Стекло или боросиликат-ное стекло	Фильтрование на месте при отборе проб. Охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	Определение следует проводить как можно скорее
		Добавление 2-4 мл хлороформа на 1 л пробы, охлаждение до 2-5 °С	3 сут.	
Поверхностно-активные вещества (анионогенные)	Стекло	Подкисление до рН менее 2 серной кислотой, охлаждение до 2-5 °С	48 ч.	
		Добавление 2-4 см ³ хлороформа на 1 л пробы, охлаждение до 2-5 °С	7 сут.	
Полифосфаты	Полимерный материал или стекло	Добавление 2-4 см ³ хлороформа на 1 л пробы и охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	
Сульфаты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2-5 °С	7 сут.	Для сточных вод: для предотвращения возможного образования сероводорода в пробу сточной

				воды добавляют пероксид водорода. Для проб с БПК более 200 мг/л вместо пероксида водорода добавляют соляную кислоту
Сульфиды(в том числе легколетучие)	Полимерный материал или стекло	Добавление углекислого натрия с последующим добавлением уксуснокислого цинка в количествах в зависимости от метода определения	24 ч.	Емкости с пробами заполняют до верха. Определение следует проводить как можно скорее
Фториды	Полимерный материал (за исключением полифторэтиленового)		1 мес.	
Фенолы (фенольный индекс)	Боросиликатное стекло	Охлаждение до 2-5 °С	24 ч.	
		Подщелачивание до pH 10 без охлаждения	24 ч.	
Формальдегид	Стекло	Добавление 5 см раствора серной кислоты(1:1) на 1 л пробы	10 сут.	При отсутствии консервации пробы определение показателя проводят не позднее 6 ч. с момента отбора пробы
Хлориды	Полимерный материал или стекло	—	1 мес.	—
Хлор остаточный	Полимерный материал или стекло	—	—	Определение следует проводить как можно скорее
Цветность	Полимерный материал или стекло	—	—	То же
		Охлаждение до 2-5 °С и хранение в темном месте	24 ч.	

Отбор и подготовка проб почвы

Используемые в комплектных изделиях методы позволяют выполнять оценку показателей состояния почвы посредством анализа почвенных вытяжек. К таким показателям относятся: в солевой вытяжке — рН, в водной вытяжке — рН, хлорид, карбонат, гидрокарбонат, сульфат, катионы жесткости (кальций, магний), натрий и калий. Имея значения концентраций растворимых компонентов в почвенной вытяжке, проводится оценка таких показателей состояния почвы, как кислотность и засоленность, а также оценивается ряд агрохимических параметров — таких, как необходимость почв в известковании (гипсовании), пригодность почв к использованию в культурно-бытовом или сельскохозяйственном отношении и т.п. Процедура анализа почвенной вытяжки не отличается от процедур анализа воды, за исключением объема пробы почвы и особенностей ее подготовки. Подробные сведения о правилах и нормах взятия почвенных образцов и проб, их обработке и приготовлении почвенных вытяжек приведены в методическом руководстве, расположенном в рюкзаке.

В учебно-методическом пособии приведены общие правила отбора проб почвы и унифицированная методика приготовления почвенных вытяжек, удобно реализуемая в полевых условиях с применением тест-комплектов и полевой лаборатории «НКВ». Давая общую информацию на указанную тему, мы лишь несколько упрощаем правила работы с почвенными образцами. Вместе с тем, почва, являясь сложным природным объектом, требует особого отношения и, в части, подготовки к дальнейшему химическому анализу.

Обратите внимание! Недоучет возможных сложностей, связанных с последующей обработкой и анализом почвенных проб (вытяжек) в полевых и лабораторных условиях, может поставить под угрозу достижение целей оценки показателей состояния изучаемой почвы, т.к. воссоздать полевые условия по возвращении из экспедиции или полевого выхода, как правило, оказывается невозможно.

Общие правила отбора проб почвы

Отбор проб почвы начинается с выбора места для исследования почвы. Почву можно изучать в любом месте, и в то же время место для изучения почвы надо тщательно выбирать.

Проба почвы — это определенное количество почвы, взятое в соответствии с нормативно-технической документацией для исследования. ГОСТ 17.4.1.02-83 устанавливает ряд понятий и терминов, которые необходимо иметь в виду при отборе проб почвы.

При отборе проб почвы следует иметь в виду, что почвы меняются при смене рельефа, растительности, почвообразующих пород, увлажнения и других экологических факторов. Изменяются также экологические условия жизнедеятельности почвенных организмов, которым почва образует среду обитания. Прежде чем выбирать место для изучения почвы, надо установить, почву какого участка вы намереваетесь изучить — склона, водораздела или

днища долины, пашни или леса. Место для изучения должно находиться в центральной, а не в краевой части территории с характерными условиями. Оно не должно чем-либо выделяться на участке или быть нетипичной для избранных условий (или, напротив, должно иметь именно требуемые признаки нарушений и т.п.).

Различают точечную и объединенную пробы почвы. Точечная проба отбирается в одной точке местности на заданной глубине (в заданном интервале глубин) из одного места горизонта или одного слоя почвенного профиля. Точечная проба должна содержать почву, типичную для данного горизонта или слоя. Объединенная проба состоит из заданного (не менее двух) количества точечных проб.

Отбор объединенной пробы методом конверта

Наиболее распространенным методом отбора объединенной пробы почвы является метод конверта. Данный метод применяется для исследования почвы гумусового горизонта. При этом из точек контролируемого участка отбирают пять точечных проб почвы. Точки должны быть расположены так, чтобы, мысленно соединенные прямыми линиями, давали рисунок запечатанного конверта (длина стороны квадрата может составлять от 2 до 10 м). Обычно при изучении почвы отбирают пробы гумусового горизонта (А) с глубины около 20 см, что соответствует штыку лопаты. Из каждой точки отбирают около 1 кг (по объему около 0,5 л), но не менее 0,5 кг.

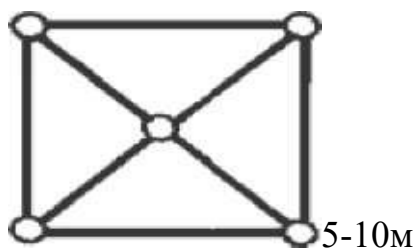


Рис. 6. ????

Почвенные пробы упаковывают в полиэтиленовые или полотняные мешки (из химически нейтрального материала) и прилагают к каждому из них этикетку (сопроводительный талон), в которой, в общем случае, указывают:

1. место взятия образца (адрес, номер пробной площадки);
2. номер образца (почвенного разреза) и дату (час) отбора, горизонт или слой, глубину взятия пробы;
3. характер метеорологических условий в день отбора пробы;
4. особенности, обнаруженные во время отбора пробы (освещение солнцем, применение удобрений, наличие близлежащих свалок и мусора, сточных канав и др.)

Следует иметь в виду, что при транспортировке и хранении пробы почвы в мешке, проницаемом для паров воды, может измениться влажность

пробы. С другой стороны, при длительном нахождении пробы в «недышащем» мешке, например, полиэтиленовом, в пробе могут протекать биологические процессы, в результате которых изменяется состав микрофлоры и микрофауны, а также может измениться химический состав почвы.

Подготовка проб почвы к анализу

Подготовка проб почвы к анализу включает несколько этапов:

1. смешивание точечных проб, отбор и измельчение проб почвы;
2. подсушивание объединенной пробы до воздушно-сухого и абсолютно сухого состояния;
3. просеивание и упаковка пробы.

Для начала пробы переносят из упаковочных мешков в эмалированную кювету (поддон) слоем высотой около 2 см, смешивают, отбирают и отбрасывают камни, корни и части растений, почвенных насекомых и червей, инородные включения. Масса одной объединенной пробы должна составлять примерно 1 кг. При необходимости почву измельчают вагатовой либо яшмовой ступке до отдельностей размером не более 1-2 мм.

П р и м е ч а н и е. Следует иметь в виду, что при изучении некоторых показателей почвы — например, влажности, почвенной биоты, сложения, содержания воздуха и др., пробы почвы следует доставлять в лабораторию или базовый лагерь в неизменном виде и как можно скорее.

Далее пробу доводят до воздушно-сухого состояния, выдерживая ее при температуре и влажности помещения в эмалированной кювете. Если температура и влажность в помещении в пределах комнатных условий, а сама почва не переувлажнена, для этого достаточно оставить пробу подсыхать на ночь. Почвенную пробу можно считать воздушно-сухой, если она сухая на ощупь и легко рассыпается при прикосновении.



Рис. 7. ?????

Следующим этапом подготовки является приготовление абсолютно сухой пробы почвы. Для этого в лабораторных условиях проба почвы высушивается до постоянной массы при температуре 105°C в сушильном шкафу. Обычно для этой цели достаточно высушивания в течение 3 часов. В случае приближенной оценки, например, при работе в полевых условиях, и невозможности провести взвешивание

образцов, допускается считать сухой почву, находящуюся в воздушно-сухом состоянии, т.е. сухую на ощупь и легко рассыпающуюся. Следует отметить, что высушивание пробы почвы до абсолютно сухого состояния

делает пробу пригодной для подавляющего большинства химических анализов, часть из которых не определяется с применением полевых лабораторий или тест-комплектов.

Далее высушенный и охлажденный до комнатной температуры почвенный образец просеивают через сито с размером ячеек 1-2 мм. Проба почвы, просеянная через сито, может использоваться в дальнейшем для химического и элементного (но не биологического!) анализа. Хранят подготовленные таким образом почвенные образцы в полотняных мешочках в сухом месте. Срок хранения таких образцов неограничен.

Представительность проб. Состав отбираемого из пробы вещества должен соответствовать среднему составу образца почв в целом, или быть представительным (репрезентативным).

Почва должна быть измельчена тем тоньше и перемешана тем тщательнее, чем меньше берется навеска почвы для анализа. Практически оказывается непросто обеспечить представительность пробы, учитывая, что масса объединенной пробы обычно составляет около 1 кг. В этой связи можно рекомендовать следующую методику взятия вещества для анализа из объединенной пробы. Проба должна быть подготовлена, т.е. просеяна через сито с отверстиями 1-2 мм и высушена до воздушно-сухого или абсолютно сухого состояния. Пробу почвы в количестве 1 кг равномерно распределяют на бумаге слоем толщиной около 5 мм. Затем почву делят на квадраты со стороной 3-4 см, проводя шпателем вертикальные и горизонтальные линии. Из каждого квадрата на всю глубину слоя берут небольшое количество почвы и помещают ее в пакет из кальки. Вес пробы почвы должен быть не меньше 10-15 г. Если вес окажется меньшим, то всю почву объединяют на бумаге, вновь перемешивают, делят на квадраты и отбирают почву в соответственно увеличенном количестве, помещая ее в пакетик.

5.4.4. Унифицированная методика приготовления почвенных вытяжек

Почвенные вытяжки, которые предстоит анализировать с применением портативных полевых лабораторий или тест-комплектов, несложно приготовить в полевых условиях.

Водная вытяжка используется для аналитического определения содержания в почве растворимых солей — хлоридов, сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов, нитратов, солей кальция, а также расчетным методом — солей магния, натрия и калия. Для приготовления водной вытяжки обычно применяют дистиллированную воду либо кипяченую питьевую воду с малым солевым содержанием (мягкую). При приготовлении водной вытяжки для извлечения водорастворимых солей используют соотношение количества сухой почвы к воде как 1:5 (ГОСТ 26423).

Солевая вытяжка используется для определения величины рН, являющейся показателем обменной кислотности почвы. Солевую вытяжку

приготавливают из имеющегося в полевой лаборатории хлорида калия, в виде раствора концентрацией 1 моль/л эквивалента. Для приготовления такого раствора 38 г (0,5 моль) сухой соли хлорида калия (KCl) растворяют в 0,5 л дистиллированной воды, используя подходящую мерную посуду. При приготовлении солевой вытяжки при извлечении обменных катионов (в том числе H^+) используют соотношение количества сухой почвы к раствору KCl как 1:2,5 (ГОСТ 26483).

Количество приготавливаемой почвенной вытяжки зависит от вида и количества выполняемых анализов. Для определения основных параметров вытяжек с использованием портативных полевых лабораторий и тест-комплектов (рН, содержания растворимых солей — сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов, хлоридов, нитратов, солей жесткости) необходимы количества вытяжек от 5 до 30 мл, т.е. около 100 мл на цикл химических анализов (без учета возможности повторения анализа). В процессе приготовления почвенных вытяжек необходимо знать вес сухой почвы, т.е. производить взвешивание. Вместе с тем, в некоторых случаях удобно пользоваться объемным методом дозировки почвы. Этот метод позволяет, зная объем, занимаемый сухой и слегка уплотненной почвой, а также удельный вес такой почвы, приблизительно определить ее вес в сухом состоянии. Так, для почвы, находящейся в высушенном (воздушно-сухом) и слегка уплотненном (утрамбованном) состоянии, ориентировочная величина плотности составляет:

почвы типа «песок» — 1,4 г/см³;

почвы типа «торф» — 0,4 г/см³;

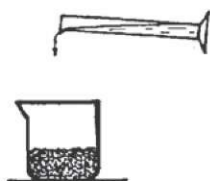
почвы типа «чернозем» — 1,1 г/см³.

Таким образом, с некоторой погрешностью можно принять, что помещенная в склянку до метки «5,0 мл» высушенная и слегка уплотненная почва весит около 7 г (песок); 2 г (торф) и 5,6 г (чернозем). По соответствующей пропорции можно рассчитать требуемое количество подготовленной пробы почвы в граммах.

Ниже приведены операции для получения 50-150 мл вытяжки с использованием оборудования из состава полевой комплектной лаборатории «НКВ», тест-комплектов или однотипных ранцевых лабораторий.

Приготовление водной почвенной вытяжки

1. В стакан на 200 мл поместите 20-50 г высушенной почвы.



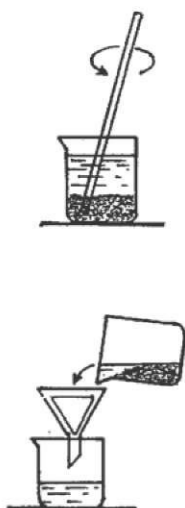


Рис. 8. ???????

Взвесьте стакан с почвой и без неё, определив массу почвы ($m, \text{г}$).

Добавьте к почве дистиллированную воду в количестве 5 х m мл (5 мл воды на 1 г почвы).

Перемешивайте содержимое стакана в течение 20-30 мин. с помощью лопатки.

Отфильтруйте содержимое стакана через бумажный фильтр, собирая готовую вытяжку в нижнем стакане, как показано на рисунке. Обратите внимание на ее внешний вид (цвет, мутность). Вытяжка должна быть однородной и не содержать частиц почвы.

П р и м е ч а н и е.

20-50 г

Первые несколько миллилитров фильтрата необходимо отбросить, т.к. в нем собраны загрязнения с фильтра.

Приготовление солевой почвенной вытяжки выполняют аналогично приготовлению водной вытяжки с некоторой разницей. В случае солевой вытяжки к почве добавляют предварительно приготовленный раствор хлорида калия в концентрации 1 моль/л из расчета 2,5 мл раствора на 1 г почвы.

ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Вкус и привкус

Вкус вызывается наличием в воде растворенных веществ и может быть соленым, горьким, сладким и кислым. Остальные вкусовые ощущения считаются привкусами (солончатый, горьковатый, металлический, хлорный и т.п.). Солёный вкус вызывается содержанием хлорида натрия, горький — сульфата магния. Кислый вкус воде придает большое количество растворенной углекислоты. Незагрязненные природные воды обладают, как правило, только солончатым и горьковатым привкусом. Вода может иметь также чернильный или железистый привкус, вызванный солями марганца и железа или вяжущий привкус, вызванный сульфатом кальция. По нормам

СанПиН 2.1.4.559-96 и ГОСТ 3351 для питьевой воды допускается значение привкуса не более 2 баллов.

Отбор проб воды для определения вкуса и привкуса проводят, при необходимости, в стеклянные бутылки.

Определение вкуса и привкуса у питьевой и природной воды проводят только при отсутствии подозрений на бактериальное загрязнение и отсутствие веществ в опасных концентрациях.

При определении вкуса и привкуса анализируемую воду наберите в рот (например, из колбы после определения запаха) и задержите ее во рту на 3-5 сек. не проглатывая. После определения вкуса воду сплюньте.

При определении вкуса и привкуса воду не проглатывать!

Интенсивность вкуса и привкуса охарактеризуйте по 5-балльной шкале, приведенной в табл. 3 (ГОСТ 3351)

Таблица 3

Таблица для определения характера и интенсивности вкуса и привкуса

Интенсивность вкуса и привкуса	Характер проявления вкуса и привкуса	Оценка интенсивности вкуса и привкуса
Нет	Вкус и привкус не ощущаются	0
Очень слабая	Вкус и привкус сразу не ощущаются, но обнаруживаются при тщательном тестировании	1
Слабая	Вкус и привкус замечаются, если обратить на это внимание	2
Заметная	Вкус и привкус легко замечаются и вызывают неодобрительный отзыв о качестве воды	3
Отчетливая	Вкус и привкус обращают на себя внимание и заставляют воздержаться от употребления	4
Очень сильная	Вкус и привкус настолько сильные, что делают воду непригодной к употреблению	5

Водородный показатель (рН)

Водородный показатель (рН) представляет собой отрицательный десятичный логарифм молярной концентрации водородных ионов в растворе: $pH = -\lg[H^+]$.

Величина рН природной воды определяется, как правило, соотношением концентраций гидрокарбонат-ионов и растворенного CO_2 . Пониженное значение рН характерно для болотных вод за счет повышенного содержания гуминовых и других природных кислот.

Измерение рН при контроле качества природной и питьевой воды проводится практически повсеместно.

В питьевой воде допускается рН 6,0-9,0; в воде водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования — 6,5-8,5.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Предлагаемый визуально-колориметрический метод определения рН основан на реакции водородных ионов с универсальным индикатором в водной среде. Значение рН анализируемой воды определяют по окраске пробы, визуальносравнивая ее с окраской образцов на контрольной шкале. Метод также пригоден для анализа почвенных водных вытяжек.

Диапазон определяемых значений водородного показателя — от 4,5 до 11 ед. рН. Объем пробы — 5 мл, продолжительность анализа — не более 1 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка-капельница полимерная на 1 мл; пробирка колориметрическая с меткой «5 мл».

Раствор универсального индикатора.

Контрольная шкала образцов окраски растворов для определения рН (рН 4,5; 5,0; 5,5; 6,0; 6,5; 7,0; 7,5; 8,0; 8,5; 9,0; 10,0; 11,0).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБЫ

Для отбора проб при определении рН используются бутылки из полимерного материала или стекла. Определение следует проводить как можно скорее и предпочтительнее на месте отбора пробы. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 6 час. Транспортировать пробы следует при температуре ниже температуры отбора проб.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой.

Налейте в пробирку анализируемую воду до метки- 5 мл «5 мл».

2.

Добавьте пипеткой-капельницей 3-4 капли (около 0,10 мл) раствора универсального индикатора и встряхните пробирку.

3.

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы.

Освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску пробы сверху вниз.



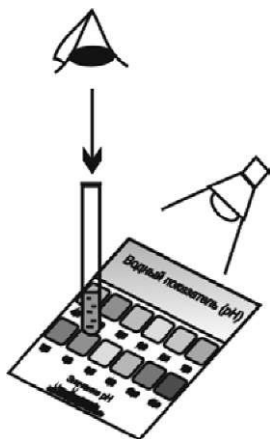


Рис. 9. ??????

Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение pH.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа может быть выполнен путем тестирования специально приготовленных контрольных буферных растворов, имеющих значения pH, близкие приведенным образцам на контрольной шкале. Для контроля значений pH буферных растворов рекомендуется использовать pH-метр.

Запах

Запах воды обусловлен наличием в ней летучих пахнущих веществ. Практически все органические вещества (в особенности жидкие) имеют запах и передают его воде. Запах может быть придан воде живущими и умершими организмами, растительными остатками, почвами, специфическими веществами, выделяемыми некоторыми водорослями и микроорганизмами, а также присутствием в воде растворенных газов — хлора, аммиака, сероводорода, меркаптанов или органических и хлорорганических загрязнений. Различают природные (естественные) запахи: ароматический, болотный, гнилостный, древесный, землистый, плесневый, рыбный, травянистый, неопределенный, сероводородный и т.п. Запахи искусственного происхождения называют по веществам, ассоциации с которыми он вызывает: фенольный, хлорфенольный, нефтяной, смолистый и так далее. Такие запахи обычно значительно изменяются при обработке воды.

При корректной оценке запаха (т.е. с использованием таблиц, шкал, различных критериев сопоставления) специалисты говорят об органолептических измерениях.

Определение запаха, также, как и привкуса, осуществляется экспертом (дегустатором) при определенных условиях. Запах можно характеризовать по происхождению (искусственное или естественное), характеру проявления, интенсивности с оценкой в баллах. Для питьевой воды допускается запах не более 2 баллов (СанПиН 2.1.4.559-96, ГОСТ 3351).

Если известно, какое именно пахучее вещество придает воде запах, можно количественно определить интенсивность запаха как степень разбавления анализируемой воды водой, лишенной запаха². При этом определяют пороговое число запаха N :

$$N = -V_L V_A'$$

где V_0 — суммарный объем воды (с запахом и без запаха);

V_A — объем анализируемой воды (с запахом), мл.

Используя определение порогового числа запаха, можно определить концентрацию этого пахучего вещества в пробе. Для этого предварительно определяют пороговое число запаха стандартного раствора этого пахучего вещества известной концентрации. Тогда концентрация этого вещества в пробе (C) в мг/л будет равна:

$$N_0$$

$$C_x = C_0 x$$

$$N_x$$

где C_0 — концентрация определяемого вещества в стандартном растворе, мг/л; N_0 и N_x — пороговое число запаха стандартного раствора и пробы соответственно.

Определение порогового числа избавляет от необходимости определять количественное содержание в воде тех веществ, для которых ПДК установлено по органолептическому показателю — запаху (например, для фенолов и хлорфенолов).

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Запах определяется дегустатором органолептически при нормальной (20°C) и при повышенной (60°C) температуре воды.

Определение интенсивности запаха

Дегустатор описывает запах субъективно, по своим ощущениям, указывая предположительно его происхождение и характеристику (см. табл. 4).

Таблица 4

Описание характера запаха (нужное подчеркивается или вписывается в незаполненные графы)

Происхождение	Характер запаха

² Такую воду можно приготовить обработкой активированным углем в количестве 0,6 г угля на 1 л воды с последующим фильтрованием через бумажный фильтр либо с помощью бытового фильтра для очистки воды.

запаха		
Естественное	От живущих и отмерших организмов, от влияния почв, водной растительности(землистый, гнилостный, плесневый, торфяной, травянистый, ароматический, болотный, древесный, рыбный, сероводородный, неопределенный)	Другое
Искусственное	От нефтепродуктов (бензиновый, солярный), хлорный, уксусный, фенольный. Другое	Другое

Для определения интенсивности запаха питьевой воды используйте 5-балльную шкалу, приведенную в табл. 5 (ГОСТ 3351).

Таблица 5

Интенсивность запаха	Характер проявления запаха	Оценка интенсивности запаха
Нет	Запах не ощущается	0
Очень слабая	Запах сразу не ощущается, но обнаруживается при тщательном исследовании (при нагревании воды)	1
Слабая	Запах замечается, если обратить на это внимание	2
Заметная	Запах легко замечается и вызывает неодобрительный отзыв о качестве воды	3
Отчетливая	Запах обращает на себя внимание и заставляет воздержаться от употребления	4
Очень сильная	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной к употреблению	5

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении запаха используются бутылки из стекла. Допускается определять запах проб на месте отбора или после доставки на место дегустации. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 6 ч. при охлаждении до 2-5 °С.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

ОБОРУДОВАНИЕ

Колба на 250-500 мл с пробкой.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.

Ополосните колбу несколько раз анализируемой водой. Заполните колбу пробой воды на 1/3 объема и закройте пробкой.

2.

Взболтайте содержимое колбы вращательным движением руки.

3.

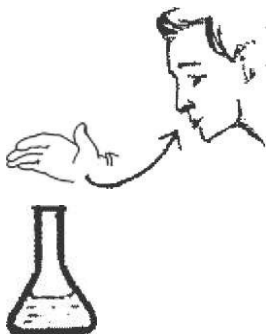


Рис. 10. ????

Откройте колбу и сразу же определите характер и интенсивность запаха, вдыхая воздух, как показано на рисунке. Воздух вдыхайте осторожно, не допуская глубоких вдохов! Если запах сразу не ощущается или возникают затруднения с его обнаружением (запах неотчетливый), испытание можно повторить, нагрев воду в колбе до температуры 60°C (опустив колбу в горячую воду). Пробку из колбы предварительно выньте.

4.

Охарактеризуйте запах, используя данные табл. 8, и отметьте интенсивность запаха по пятибалльной шкале согласно табл. 9.

Мутность и прозрачность

Мутность воды — показатель, характеризующий уменьшение прозрачности воды, вызываемое присутствием нерастворимых веществ — взвешенных в воде мелкодисперсных примесей (суспендированных или коллоидных частиц различного происхождения). Мутность можно считать количественной мерой светового потока, рассеянного или поглощенного водой из-за присутствия в ней частиц суспензии.

Мутность воды подземных источников, как правило, невелика и вызвана взвесью гидрооксида железа. В поверхностных водах мутность чаще вызвана присутствием глинистых или илистых частиц, а также фито- и зоопланктоном. Значение мутности воды водоемов зависит от времени паводка (межени) и меняется в течение года.

При фотометрических измерениях мутность выражают в единицах концентрации веществ — имитаторов мутности, образующих стандартные суспензии, в качестве которых используют каолин или фармазин. Норматив мутности для питьевой воды составляет 1,5 мг/л по каолину или 2,6 ЕМ/л.

П р и м е ч а н и е. ЕМФ — единица мутности по формазину (англ. FTU — formazin turbidity unit). $1 \text{ ЕМФ} = 1 \text{ ЕМ/л} = 1 \text{ FTU}$.

Прозрачность воды характеризуется ее свойством пропускать свет (т.е. светопропусканием). Ослабление светопропускания воды обусловлено окраской и мутностью, т.е. содержанием в ней различных окрашенных веществ, а также взвешенных веществ и микрообъектов.

Мерой прозрачности является высота столба воды, при которой еще можно наблюдать опускаемую в водоем белую пластину определенных размеров (диск Секки) или различать на белой бумаге фигуру определенного размера и типа (черную крестообразную метку либо шрифт средней жирности высотой 3,5 мм). Результаты выражаются в метрах или в сантиметрах с указанием способа измерения.

Значения мутности и прозрачности воды взаимосвязаны. Прозрачность воды часто определяют наряду с мутностью.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведены два метода определения мутности и прозрачности.

Метод (А), визуальный является простейшим для полевых условий и позволяет проводить качественное определение мутности. При этом характеризуют зрительно воспринимаемую мутность пробы воды в мутномерной пробирке, при высоте столба 10-12 см.

Метод (В) («по шрифту») позволяет проводить определение мутности с использованием трубки для определения прозрачности и регламентирован ГОСТ 3351-74, ИСО 7027. Данный метод применяется для чистых и малозагрязненных вод и позволяет определять прозрачность воды практически в любых условиях и на любом водоеме, независимо от его глубины, наличия мостов, погодных условий и др. Несмотря на простоту, метод считается полуколичественным, т.к. результат измерений в сантиметрах отсчитывается по шкале, приложенной к трубке. Определение мутности основано на определении прозрачности путем измерения максимальной высоты водяного столба, при которой уже можно визуально различить черный шрифт (высота 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм) или юстировочную метку (например, черный крест) на белом фоне.

Исходя из определенного при анализе значения прозрачности воды, по градуировочному графику определяется значение мутности в единицах мутности воды по фармазину (ЕМФ) или по каолину (мг/л).

Проведению анализа могут мешать вещества, окрашивающие воду, а также пузырьки воздуха.

Диапазон определяемых значений прозрачности полуколичественным методом — от 60 см до 1 см. Соответствующий диапазон определения мутности составляет от 0,6 до 30,2 мг/л по каолину или от 1 до 52 ЕМФ.

Объем пробы воды, анализируемой данным методом, составляет 300-350 мл, продолжительность определения — не более 5 мин.

ОТБОР ПРОБЫ

Для отбора проб при определении мутности и прозрачности используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — 24 часа. Если пробы хранились при охлаждении, их необходимо перед анализом выдержать при комнатной температуре.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

А. Мутность, качественное определение

ОБОРУДОВАНИЕ

Пробирка стеклянная высотой 10-12 см, лист темной бумаги (в качестве фона).

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА 1.

Заполните пробирку водой до высоты 10-12 см.

10-12 см

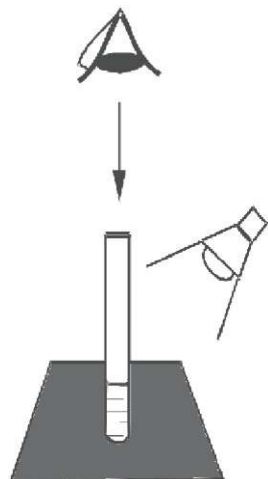


Рис. 11. ???

2.

Иное

Определите мутность воды, рассматривая пробирку сверху на темном фоне при достаточном боковом освещении (дневном, искусственном). Выберите подходящее из приведенных ниже:

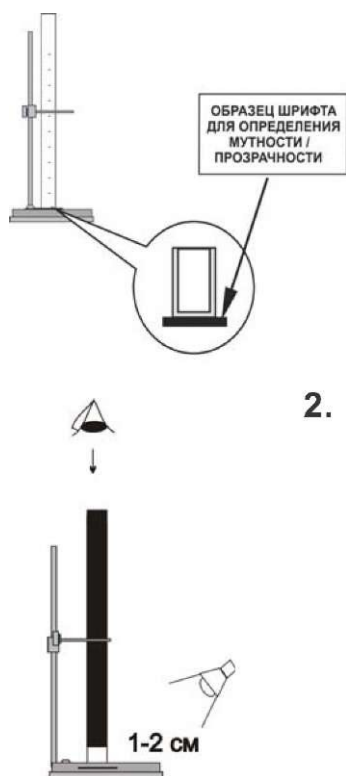
- Мутность не заметна (отсутствует)
- Слабо опалесцирующая
- Опалесцирующая
- Слабомутная
- Мутная
- Очень мутная

(укажите)

В. Мутность и прозрачность, полуколичественное определение **ОБОРУДОВАНИЕ**

Образец шрифта водостойкий (высота 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм). Трубка для определения прозрачности, градуированная делениями по 10 мм (длина 60 см, диаметр 2,5 см); экран для трубки светонепроницаемый водостойкий; шприц с трубкой.

П р и м е ч а н и е. Для устойчивости трубку для определения прозрачности лучше закреплять в штативе.



ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

Поместите образец шрифта на горизонтальную поверхность. Установите трубку в вертикальном положении на образец шрифта.

Наденьте на трубку экран. Приподнимите экран снизу на 1-2 см. Установите четкую видимость шрифта, наблюдая сверху через отверстие трубки.

2.

П р и м е ч а н и е.

Обеспечьте достаточное освещение для наилучшей видимости шрифта.

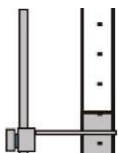
Рис. 12. ??

Перемешайте тщательно пробу и залейте в трубку до уровня 60 см (~300 мл).



Рис. 13. ???

Понижайте уровень водяного столба, постепенно отбирая воду шприцом с трубкой до тех пор, пока не станет видимым (читаемым) шрифт.



5.

Рис. 14. ???

Снимите экран с трубки.6 .

Определите по делениям на трубке высоту водяного столба с точностью до 1 см.

7.

Переведите полученное значение прозрачности пробыв единицы мутности воды по фармазину (ЕМФ) или покаолину (мг/л) с использованием градуировочного графика (рис. 15).

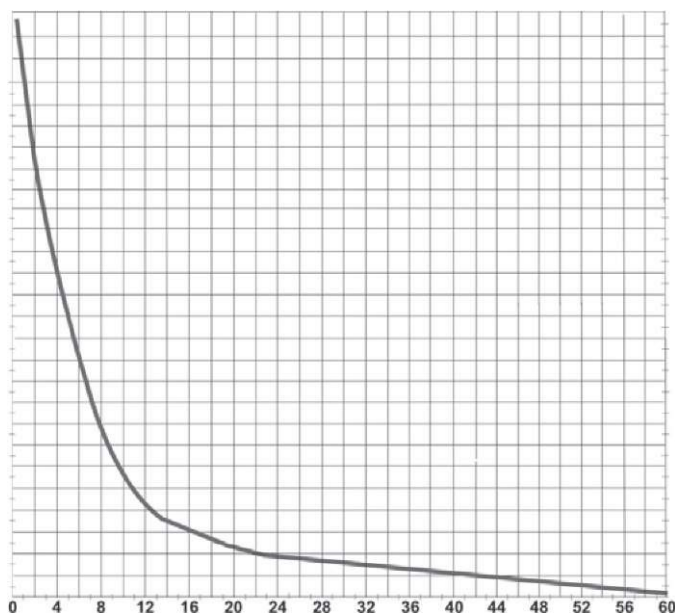


Рис. 15. Градуировочный график для выражения значения прозрачности пробыв единицах мутности воды по фармазину (ЕМФ) или по каолину (мг/л).
16,2 5

Пример. Определили максимальную высоту водяного столба, при взгляде сквозь который различим образец шрифта. Значение прозрачности $H = 42$ см. Пользуясь градуировочным графиком, определили соответствующее

значение мутности, равное 1,2 мг/л по каолину или 2 ЕМ/л (ЕМФ) по фармазину.

Цветность

Цветность — естественное свойство природной воды, обусловленное присутствием гуминовых веществ и комплексных соединений железа. Цветность воды может определяться свойствами и структурой дна водоема, характером водной растительности, прилегающих к водоему почв, наличием в водосборном бассейне болот и торфяников и др.

Для воды поверхностных водоемов этот показатель допускается не более 20 градусов по шкале цветности. Если окраска воды не соответствует природному тону, а также при интенсивной естественной окраске, определяют высоту столба жидкости, при котором обнаруживается окраска, а также качественно характеризуют цвет воды. Соответствующая высота столба воды не должна превышать 20 см — для воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения и 10 см — для воды культурно-бытового назначения.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведены два метода определения цветности.

Наиболее простой качественный метод оценки цветности состоит в характеристике цвета воды в пробирке высотой 10-12 см (например, бесцветная, слабо-желтая, желтая, буроватая и т.д.). Метод качественного определения цветности дает лишь ориентировочную информацию, и только в тех случаях, когда вода имеет интенсивную естественную окраску, заметную глазом.

Колориметрический метод определения цветности основан на сравнении окраски пробы с окраской условной 500-градусной шкалы цветности воды, приготавливаемой из смеси бихромата калия $K_2Cr_2O_7$ и сульфата кобальта $CoSO_4$. Определение выполняется визуально-колориметрически на основе сравнения окраски анализируемой пробы со стандартной цветовой шкалой в виде модельных растворов бихромата калия и сульфата кобальта либо с контрольной цветовой шкалой окраски проб. Определение также может выполняться фотоколориметрически по МВИ-10-157-11, РД 52.24.497-2005 и ГОСТ 3351.

Диапазон определяемых значений цветности при визуально-колориметрическом определении: по шкале цветности в виде модельных эталонных растворов — 0; 10, 20; 30; 40; 60, 100, 300, 500 градусов цветности; по пленочной контрольной шкале «Цветность» — 0; 30; 100; 300, 1000 градусов цветности.

Диапазон определяемых значений цветности при фотоколориметрическом определении (МВИ-10-157-11) — от 20 до 200 градусов цветности.

Объем пробы, необходимой для определения, составляет не более 12 мл, продолжительность определения — не более 5 мин

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении цветности используются бутылки из полимерного материала или стекла. При наличии взвешенных частиц пробы отфильтруйте через бумажный фильтр «синяя лента» (важно при фотоколориметрическом определении). Первые порции фильтрата отбросьте. Допускается хранение проб не более 1 суток при условии их охлаждения до 2-5 °С и хранения в затемненном месте.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

А. Цвет, качественное определение

ОБОРУДОВАНИЕ

Пробирка бесцветная прозрачная высотой 15-20 см, лист белой бумаги (в качестве фона).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Заполните пробирку водой до высоты 10-12 см.

10-12 см

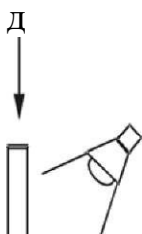


Рис. 16. ????

2.

Охарактеризуйте цвет воды, рассматривая пробирку сверху вниз на белом фоне при достаточном боковом освещении (дневном, искусственном). Отметьте наиболее подходящий оттенок из приведенных ниже либо заполните свободную графу.

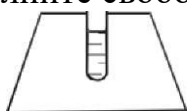


Рис. 17. ????

Характеристика оттенка	Отметьте подходящее
Слабо-желтоватая	
Светло-желтоватая	
Желтая	
Интенсивно-желтая	
Коричневатая	
Красно-коричневатая	
Другая (укажите какая)	

В. Цветность, колориметрическое определение ОБОРУДОВАНИЕ

Воронка лабораторная, пробирка колориметрическая с пробкой (2 шт.), штатив для пробирок, фильтры «синяя лента».

Хром-кобальтовая шкала цветности в виде модельных эталонных растворов (0; 10, 20; 30; 40; 60, 100, 300, 500 градусов цветности) либо в виде пленочной контрольной шкалы «Цветность» (0; 30; 100; 300, 1000 градусов цветности).

П р и м е ч а н и е. Срок годности растворов хром-кобальтовой шкалы — 6 месяцев с момента изготовления.

При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест-2020» с кюветой 10 мм или аналогичного типа.

Расположение оборудования см. в паспорте на изделие.

ОПРЕДЕЛЕНИЯ1.

ВЫПОЛНЕНИЕ

0,3-0,5 см

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Наполните пробирку пробой воды, не доливая 0,3-0,5 см до края пробирки.

Удерживая пробирку рукой в вертикальном положении, закройте ее пробкой. Убедитесь в плотном прилегании пробки.

3.

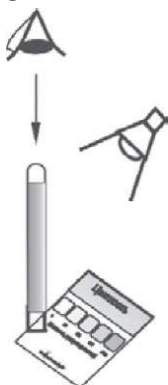


Рис. 18. ?????

Извлеките образцы модельных эталонных растворов из упаковки и расположите их на ровной горизонтальной поверхности на белом фоне пробкой вниз.

Проведите колориметрирование пробы. При визуальном колориметрическом определении пробирку с анализируемой водой переверните пробкой вниз, сравните окраску исследуемого образца с пленочной контрольной шкалой образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Цветность» либо с окраской модельных эталонных растворов. Окраску наблюдайте сверху вниз, на белом фоне, при достаточном освещении. Для исследуемого образца определите ближайшее по окраске поле пленочной шкалы или ближайший образец окраски эталонного раствора и соответствующее ему значение в градусах цветности.

П р и м е ч а н и е.

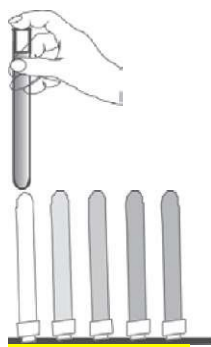


Рис. 19. ???

Если цвет и оттенок образца воды не соответствуют модельным эталонным образцам хром-кобальтовой шкалы, то эти показатели оцениваются качественно, например: «окраска образца красновато-коричневая»

Жесткость общая, кальций и магний

Общей жесткостью считается суммарная жесткость воды, т.е. общее содержание растворимых солей кальция и магния.

Ввиду того, что солями жесткости являются соли разных катионов, имеющие разную молекулярную массу, концентрация солей жесткости, или жесткость воды, измеряется в единицах эквивалентной концентрации, т.е. количеством моль/л или ммоль/л. С 2003 г. в Российской Федерации жесткость воды обозначается как (Ж) и выражается в градусах жесткости (°Ж). Градус жесткости соответствует концентрации щелочноземельного элемента, преимущественно кальция (Ca^{2+}) и магния (Mg^{2+}), численно равной 1/2 его моля, выраженной в мг/л (ГОСТ Р 52029). Таким образом, вместо использовавшейся ранее размерности общей жесткости ммоль/л эквивалента следует использовать °Ж, при этом численные значения величины жесткости не изменяются. $1^\circ\text{Ж} = 20,04 \text{ мг/л } [\text{Ca}^{2+}]$ или $12,15 \text{ мг/л } [\text{Mg}^{2+}]$.

Допустимая величина общей жесткости для питьевой воды и источников централизованного водоснабжения составляет не более 7°Ж (в отдельных случаях — до 10°Ж), лимитирующий показатель вредности — органолептический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения общей жесткости (РД 52.24.395-2007, ИСО 6058, ГОСТ Р 52407-2005) как суммарной массовой концентрации катионов кальция и магния является титриметрическим и пригоден для анализа питьевой, природной и нормативно-очищенной сточной воды, а также водных почвенных вытяжек. Определение основано на реакции солей кальция и магния с реактивом — трилоном Б (двуназиевой солью этилендиамина-N, N, N', N'-тетрауксусной кислоты, или сокращенно ЭДТА):

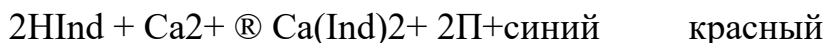




где R — радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты
 $\text{COCCN}^-\text{NCn}^-\text{HNCCn}^-\text{O}^-$

Анализ проводят при pH 10-10,5 титриметрическим методом в присутствии индикатора хромового темно-синего кислотного (кислотного хромового синего Т).

Роль индикатора в определении общей жесткости состоит в том, что при его добавлении в анализируемую воду первоначально происходит реакция, в результате которой весь кальций и магний связываются индикатором с образованием соединения, окрашенного в красный цвет (на примере реакции с кальцием):



Далее, при титровании, по мере добавления ЭДТА образуется более прочный бесцветный комплекс с кальцием (магнием), комплекс с индикатором разрушается и высвобождается индикатор, окрашивающий раствор в синий цвет:



Анализу не мешают катионы железа (до 10 мг/л), а также никеля, кобальта и меди (до 0,1 мг/л). При анализе загрязненных вод возможен нечеткий переход окраски при титровании, а также обесцвечивание раствора из-за присутствия в воде некоторых примесей.

В настоящем руководстве метод определения общей жесткости приводится в двух модификациях - капельного и объемного титрования. В первой, упрощенной, модификации титрование проводится добавлением к пробе объединенного реактива, содержащего индикатор и ЭДТА, из калиброванной пипетки каплями. Использование для титрования мерной склянки с разными значениями объема (2,5; 5,0; 10 мл) позволяет охватить весь концентрационный диапазон метода.

Модификация с объемным титрованием предполагает классическое проведение анализа, т.е. раздельное добавление индикатора и ЭДТА и титрование с использованием калиброванной пипетки (бюретки).

Диапазон измеряемых величин общей жесткости — от 0,5 до 10 °Ж и более. При общей жесткости более 10 °Ж необходимо проводить разбавление пробы дистиллированной водой. Объем пробы, необходимой для анализа, составляет для указанного диапазона концентраций 10 мл, но может быть увеличен до 250 мл при анализе растворов с пониженной величиной общей жесткости. Метод достаточно точен: абсолютная погрешность определения общей жесткости при объеме пробы 10 мл не превышает 0,5 °Ж, при объеме пробы 250 мл — 0,05 °Ж.

Метод определения массовой концентрации катиона кальция (РД 52.24.40395, ИСО 6059) аналогичен методу определения общей жесткости с

реактивом три-лоном Б с той разницей, что анализ проводится в сильнощелочной среде (рН 12,13) в присутствии индикатора мурексида. Диапазон измеряемых концентраций кальция составляет от 2 до 500 мг/л при объеме пробы 10 мл. Молярную концентрацию эквивалента кальция рассчитывают по результатам титрования по такой же формуле, что приведена для расчета общей жесткости. Определению кальция мешают карбонаты и диоксид углерода, удаляемые из пробы при ее подкислении.

Для определения содержания магния в незагрязненных поверхностных и грунтовых природных водах, как и в большинстве речных вод, можно применять расчетный (косвенный) метод, при котором концентрация магния рассчитывается как разность результатов определения общей жесткости и концентрации катиона кальция. Для анализа загрязненных вод на содержание магния необходимо применять прямое определение магния титриметрическим методом.

ОТБОР ПРОБ

При определении общей жесткости и кальция для отбора проб используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 4 суток (кроме проб с удельной электропроводностью более 70 мСм/м — не более суток).

Кроме того, при определении кальция допускается хранение проб до 1 месяца при условии их подкисления до рН менее 2 (не допускается применять серную кислоту).

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

А. Определение общей жесткости, капельное титрование

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Склянка для титрования с пробкой, пипетка-капельница полимерная.

Раствор титранта.

Контрольная шкала образцов окраски начала и окончания титрования.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку до метки определенный объем пробы воды, в зависимости от предполагаемой жесткости:

для мягкой воды (1,5-3,0 °Ж) — до метки «10 мл»;

для воды средней жесткости (3,0-6,0 °Ж) и жесткой (6,0-10,0 °Ж) — до метки «5 мл»;

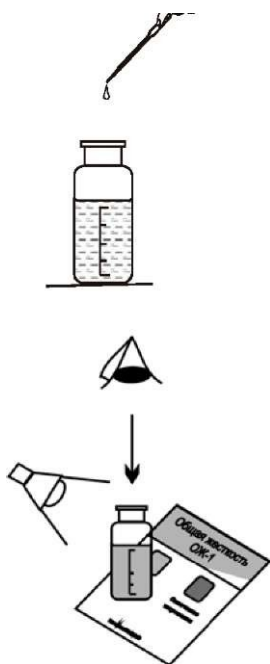


Рис. 20. ????

для очень жесткой воды (более 10,0 °Ж) — до метки «2,5 мл».

Расположите склянку с раствором на белом фоне достаточной освещенности. Добавляйте к пробе пипеткой-капельницей раствор титранта, считая капли.

Обратите внимание на цвет раствора после добавления первых капель титранта — розовый (окраска образца «Начало титрования»).

3.

Продолжайте добавлять раствор титранта по каплям, непрерывно перемешивая содержимое склянки и сравнивая окраску раствора с контрольной шкалой, до изменения цвета раствора от розового до сиренево-синего. Вблизи точки эквивалентности, после добавления очередной капли, наблюдайте за окраской раствора не менее 10-20 сек. (окраска образца «Окончание титрования»).

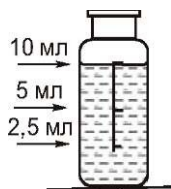


Рис. 21. ????

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Для уточнения количества капель раствора титранта, израсходованных на титрование (N), анализ рекомендуется повторить, при этом для анализа отбирайте пробы в объеме согласно меткам на мерной склянке (см. п. 1. данного

4.

Рассчитайте величину общей жесткости воды в пробе Сож в °Ж (ммоль/лэквивалента) в зависимости от объема пробы (V_n) и количества капель израсходованного раствора титранта (N), используя данные табл. 6.

Таблица 6

Данные для расчета общей жесткости

Объем пробы, мл	Расчетная формула для определения Сож в °Ж
2,5	$2 \times N$
5,0	$1 \times N$
10,0	$0,5 \times N$

Примечание. Данные в табл. 6 приведены из условия, что 1 капля раствора титранта эквивалентна 1°Ж при титровании пробы объемом 5 мл.

Пример. При определении общей жесткости лечебно-минеральной воды на титрование пробы объемом 2,5 мл израсходовано 7 капель раствора титранта. Значение общей жесткости воды рассчитываем по табл. 7 как:

$$\text{Сож} = 2 \times N = 2,0 \times 7 = 14 \text{ °Ж.}$$

В. Определение общей жесткости, объемное титрование

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка-капельница полимерная, пипетка градуированная для титрования с соединительной трубкой и шприцем-дозатором, склянка с меткой «10 мл».

Раствор буферный аммиачный, раствор индикатора хромового темно-синего, раствор трилона Б (0,05 моль/л эквивалента).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой.

Налейте в склянку пробу воды до метки «10 мл». Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

2.

Добавляйте в склянку разными пипетками 2-3 капли раствора буферного аммиачного и 1-2 капли раствора индикатора хромового темно-синего.

Герметично закройте склянку пробкой и встряхните для перемешивания.

Постепенно титруйте содержимое склянки раствором трилона Б с помощью пипетки и шприца до перехода окраски в точке эквивалентности из винно-красной в ярко-голубую, наблюдая окраску на белом фоне при достаточной освещенности. Периодически встряхивайте склянку для перемешивания пробы. Определите объем раствора, израсходованный на титрование общей жесткости (Го_ж, мл).

П р и м е ч а н и е. После изменения окраски пробу необходимо выдержать еще 0,5 мин.

10 мл

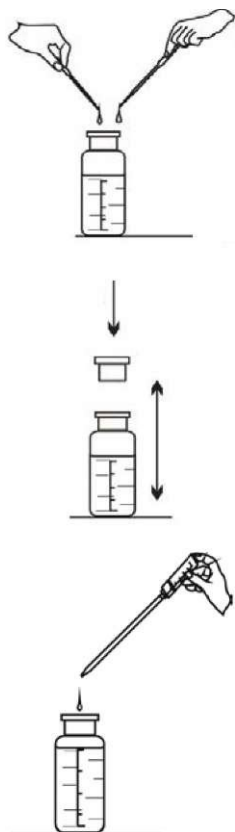


Рис. 22. ????

для полного протекания реакции, после чего принять решение об окончании титрования. В случае, если окраска раствора несколько восстановится, необходимо добавить еще некоторое количество раствора трилона Б.

5.

Рассчитайте значение общей жесткости (СО_ж) в °Ж (ммоль/л эквивалента)

по формуле:

$$\text{СО}_{\text{ж}} = \frac{V_{\text{ож}} \times N \times 1000}{V_{\text{пр}}}$$

где

$V_{\text{ож}}$ — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;

N — концентрация титрованного раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.;

V_A — объем воды, взятой на анализ, 10 мл;

1000 — коэффициент пересчета единиц измерения из моль в ммоль.

При необходимости выполнения более точных анализов либо анализовастворов с пониженной величиной общей жесткости (менее 0,5 ммоль /л) рекомендуется отбирать анализируемую пробу в количестве, обратно пропорциональном величине общей жесткости, но не более 250 мл. Титрование проводите в конической колбе подходящего размера. Расчет проводите по той же формуле.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении общей жесткости может быть выполнен путем анализа контрольных растворов, имеющих известную концентрацию катионов кальция или магния.

С. Определение кальция

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка-капельница полимерная на 1 мл, пипетка градуированная для титрования с соединительной трубкой и шприцем-дозатором, палочка стеклянная, склянка с меткой «10 мл».

Бумага универсальная индикаторная, индикатор мурексид (индикаторная смесь) в капсулах, раствор соляной кислоты, раствор трилона Б (0,05 моль/л экв.), раствор гидроксида натрия.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки «10 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

2.

Прибавьте по каплям раствор соляной кислоты до pH 4-5, помешивая стеклянной палочкой (при этом из пробы удаляется гидрокарбонат-ион в виде CO_2). Величину pH контролируйте по универсальной индикаторной бумаге.

3.

10 мл

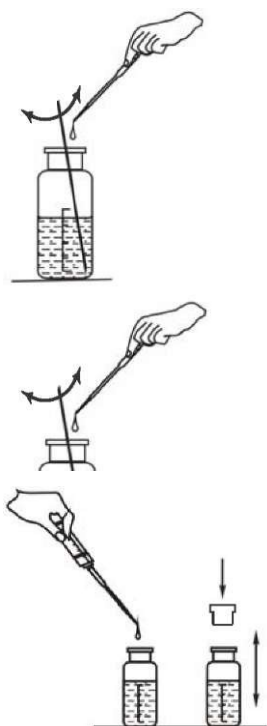


Рис. 23.?????

Проведите титрование раствором трилона Б, используя шприц и градуированную пипетку, до перехода окраски в точке эквивалентности из розово-оранжевой в сине-фиолетовую. Изменение окраски наблюдайте на белом фоне при достаточной освещенности. Периодически встряхивайте склянку для перемешивания пробы. Определите объем раствора трилона Б, израсходованный на титрование кальция (V_{кл}, мл).

П р и м е ч а н и е. После изменения окраски пробу необходимо выдержать еще 0,5 мин.

для полного протекания реакции, после чего принять решение об окончании титрования. В случае, если окраска раствора несколько восстановится, необходимо добавить еще некоторое количество раствора трилона Б.

К пробе прибавьте пипеткой-капельницей 13-14 капель (около 0,5 мл) раствора гидроксида натрия и содержимое одной капсулы (0,02-0,03 г) индикатора мурексида. Раствор перемешайте стеклянной палочкой.

5.

Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента кальция (СКА) в ммоль/л по формуле:

$$C_{\text{СКА}} = \frac{V_{\text{КА}} \times N \times 1000}{V \times 5}$$

$$\text{СКА} = \frac{V_{\text{КА}}}{V} \times N \times 5,$$

где V_{КА} — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл; N — концентрация титрованного раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.; V_п

— объем пробы воды, взятой на анализ, 10 мл; 1000 — коэффициент пересчета единиц измерения из моль в ммоль.

Массовая концентрация катиона кальция может быть рассчитана умножением полученного значения СКА на молярную массу эквивалента кальция (20,04 г/моль).

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении кальция может быть выполнен путем анализа контрольных растворов, имеющих известную концентрацию катионов кальция.

Д. Определение магния

Массовую концентрацию катиона магния (СМГ) в мг/л определите расчетным методом, произведя вычисления по формуле:

$$\text{СМГ} = (\text{Сож} - \text{ска}) \cdot 24,3,$$

где Сож и СКА — результаты определения общей жесткости и молярной концентрации эквивалента катиона кальция соответственно; 24,3 — молярная масса магния.

Полученный результат округлите до целых чисел (мг/л).

Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность

Карбонаты и гидрокарбонаты составляют основу карбонатной системы природных вод. Их содержание в воде обусловлено процессами растворения атмосферного CO_2 , взаимодействия воды с находящимися в прилегающих грунтах известняками и, конечно, протекающими в воде жизненными процессами всех водных организмов. Именно карбонаты и гидрокарбонаты представляют собой компоненты, определяющие для природных вод такой показатель, как щелочность. Щелочностью считается способность взаимодействовать с водородными ионами сильной кислоты, выражаемая количеством кислоты, потребленной при титровании. Расход кислоты на титрование всех потребляющих водородные ионы анионов пропорционален их общему содержанию в воде и выражает общую щелочность воды.

В обычных природных водах щелочность определяется, как правило, лишь содержанием гидрокарбонатов щелочных металлов. В этом случае значения $\text{pH} < 8,3$. Наличие растворенных карбонатов и гидроокисей повышает значения $\text{pH} > 8,3$. Та часть щелочности, которая соответствует количеству кислоты, необходимой для понижения pH до 8,3, называется свободной щелочностью. Количество титрованного раствора, израсходованного для достижения $\text{pH} = 8,3$, эквивалентно свободной щелочности; количество, необходимое для достижения $\text{pH} = 4,5$, эквивалентно общей щелочности. Если pH воды меньше 4,5, то ее щелочность равна нулю.

Концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов позволяют также рассчитать карбонатную жесткость воды, представляющую собой суммарное содержание растворимых солей карбонатов и гидрокарбонатов. Общая щелочность практически тождественна карбонатной жесткости и соответствует содержанию гидрокарбонатов.

Показатели ПДК для воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения составляет: для гидрокарбонатов (HCO_3) — 1000 мг/л, для карбонатов — (CO_3^{2-}) — 100 мг/л.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения карбонат- и гидрокарбонат-ионов является титриметрическим (ГОСТ Р 52963, ПНД Ф 14.1:2.245-07, РД 52.24.493-2008) при уменьшенном количестве отбираемой пробы и пригоден для анализа питьевой, природной, минеральной лечебно-столовой и т.п. вод, а также почвенных вытяжек.

Данный метод неприменим для анализа вод, содержащих растворенный диоксид углерода (бутилированных вод), мутных вод, а также содержащих сильные основания.

Поскольку содержание карбонат- и гидрокарбонат-ионов неразрывно связано с показателем щелочности воды, аналитическое определение данных показателей аналогично и осуществляется в едином технологическом цикле. Определение основано на реакции карбонат- и гидрокарбонат-ионов с водородными ионами в присутствии, в качестве индикаторов, фенолфталеина и смеси бром-крезолового зеленого и метилового красного³. Используя эти индикаторы, удается наблюдать две точки эквивалентности. В первой точке эквивалентности (рН 8,3) в присутствии фенолфталеина проходит полное титрование гидроксид-ионов (если они присутствуют) и половинное (т.е. только до гидрокарбонатов) содержания карбонат-ионов. Во второй точке (рН 4,5) заканчивается титрование карбонат-ионов, уже превратившихся в гидрокарбонаты, и происходит титрование всего количества гидрокарбонат-ионов. Соответствующее количество кислоты, израсходованное на титрование по фенолфталеину (Ўф), эквивалентно свободной щелочности (Щсв); количество кислоты, израсходованное на титрование по смешанному индикатору (VCM) — общей щелочности (Щ0). По результатам титрования определяются величины свободной и общей щелочности воды, которые позволяют рассчитать концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов. Для титрования используют раствор соляной кислоты с точно известным значением концентрации — 0,05 моль/л, титрованный либо приготовленный из стандарт-титра.

Определение карбонат-ионов основано на реакции:

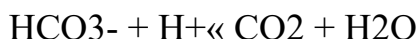
³ Использование указанной смеси индикаторов позволяет максимально наглядно определить соответствующую точку эквивалентности при рН 4,5, в отличие от индикатора метилового оранжевого, также используемого в некоторых методиках.



В случае присутствия в анализируемой воде гидроксил-анионов (для природных вод нехарактерно) при определении карбонатов по фенолфталеину протекает также реакция их нейтрализации:



Определение гидрокарбонат-ионов проводится в интервале значений pH выше 4,5 и основано на реакции:



Таким образом, при титровании по фенолфталеину в реакции с кислотой первоначально присутствовавшие в пробе ионы CO_3^{2-} превращаются в HCO_3^- (т.е. потребление кислоты — 1/2 от общего потребления на титрование карбонатов), а при титровании по смешанному индикатору — уже перешедшие в гидрокарбонаты CO_3^{2-} и изначально присутствовавшие в пробе HCO_3^- . Титрование может выполняться как параллельно в разных пробах, так и последовательно в одной и той же пробе.

Исходя из определенных в ходе анализа эквивалентных концентраций карбонат- и гидрокарбонат-ионов рассчитывается карбонатная жесткость в единицах моль/л эквивалента.

При определении содержания карбонатов и гидрокарбонатов в почвенной вытяжке их сначала извлекают из почвы водой (соотношение сухая почва-вода — 1:5) и далее анализируют почвенную вытяжку тем же методом, выражая концентрацию ионов в мг/кг почвы. Приготовление почвенной вытяжки см. в п. 5.4.

Диапазон определяемых концентраций карбонатов и гидрокарбонатов — от 30 мг/л до 1200 мг/л.

Объем пробы составляет 10 мл, продолжительность анализа — не более 10 мин.

ОСОБЕННОСТИ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ

В результате титрования карбоната и гидрокарбоната для расчета значений свободной и общей щелочности необходимо определить общее количество кислоты, израсходованной на титрование карбоната (V_K) и гидрокарбоната (V_{rK}) в миллилитрах. Следует иметь в виду, что при определении потребления кислоты на титрование по смешанному индикатору (V_{CM}) происходит последовательно титрование и карбонатов (в количестве 1/2 от исходного содержания), и гидрокарбонатов. По этой причине получаемый объем кислоты V_{CM} содержит соответствующую долю, обусловленную присутствием в исходной пробе карбонатов, перешедших после реакции с катионом водорода в гидрокарбонаты, и не характеризует полностью концентрацию гидрокарбонатов в исходной пробе. Следовательно, при расчете концентраций основных ионных форм, обуславливающих потребление кислоты, необходимо учесть относительное

потребление кислоты при титровании по фенолфталеину (V_0) и смешанному индикатору (V_{CM}). Рассмотрим несколько возможных вариантов, сопоставляя величины V_0 и V_{CM} , и имея в виду не только природные воды, но и сточные, где возможно присутствие сильных щелочей.

1. $V_0 = 0$. Карбонат-ионы и гидроксил-ионы в пробе отсутствуют, а потребление кислоты при титровании по смешанному индикатору может быть обусловлено только присутствием гидрокарбонатов.

Уф $\Phi > 0$, причем $2\Phi < V_{CM}$. В исходной пробе отсутствуют гидроксил-анионы, но присутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты, причем доля потребления кислоты на титрование эквивалентно оценивается: на титрование карбонатов — как $V_K = 2V_0$, а гидрокарбонатов — как $V_{rK} = V_{CM} - 2V_0$.

$2V_0 \geq V_{CM}$. Гидрокарбонаты в исходной пробе отсутствуют, а потребление кислоты обусловлено присутствием только карбонатов, которые количественно переходят в гидрокарбонаты. Именно этим объясняется удвоенное, по сравнению с V_0 , потребление кислоты V_{CM} .

$2V_0 > V_{CM}$ В данном случае в исходной пробе гидрокарбонаты отсутствуют, но присутствуют не только карбонаты, но и другие потребляющие кислоту анионы, а именно — гидроксил-ионы. При этом потребление кислоты на титрование последних эквивалентно $V_{OH} = 2V_0 - V_{CM}$. Потребление кислоты на титрование карбонатов (V_K , мл) можно рассчитать, составив и решив систему уравнений:

$$\left. \begin{array}{l} V_K + V_{OH} = V_{CM} \\ V_{OH} = 2V_0 - V_{CM} \end{array} \right\} \Rightarrow V_K = 2(V_{CM} - V_0)$$

5. $V_0 = V_{CM}$. В исходной пробе отсутствуют и карбонаты, и гидрокарбонаты, а потребление кислоты обусловлено присутствием сильных щелочей, содержащих гидроксо-анионы.

Присутствие свободных гидроксо-анионов в заметных количествах (случаи 4 и 5) возможно только в сточных или загрязненных водах.

При анализе сточных и загрязненных природных вод получаемые результаты не всегда корректно отражают величины свободной и общей щелочности, т.к. в воде, кроме карбонатов и гидрокарбонатов, могут присутствовать соединения нескольких групп:

сильные щелочи (KOH , $NaOH$) и летучие основания (например, NH_4OH), а также анионы, обуславливающие высокую щелочность в результате гидролиза в водном растворе и $pH > 8,4$ (S^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} и др.);

слабые основания и анионы летучих и нелетучих слабых кислот (HPO_4^{2-} , CH_3COO^- , SH^- , анионы гуминовых кислот и др.).

Соединения первой группы определяются титрованием с фенолфталеином, второй — со смешанным индикатором.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка градуированная на 2 мл или на 5 мл для титрования со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл в футляре (2 шт.); склянка мерная с меткой «10 мл» (2 шт.).

Раствор индикатора фенолфталеина; раствор смешанного индикатора; раствор соляной кислоты титрованный (0,05 моль/л).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении карбонатов и щелочности используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 1 суток при условии их охлаждения до 2-5 °С.

При определении щелочности предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб (особенно для проб с высокой концентрацией растворенных газов).

Подробнее отбор и подготовка проб см. раздел 5.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

А. Титрование карбонат-иона (определение свободной щелочности)

1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой или почвенной вытяжкой. Налейте в склянку пробу воды или вытяжки до метки «10 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

2.

Добавьте пипеткой 3-4 капли раствора фенолфталеина. Раствор перемешайте круговыми покачиваниями.

Примечание.

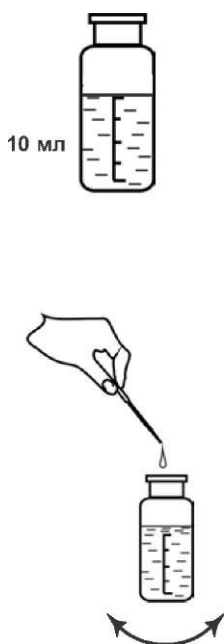


Рис. 24. ?????

При отсутствии окрашивания раствора либо при слабо-розовом окрашивании считайте, что карбонат-ион в пробе отсутствует (рН пробы меньше 8,3).

Постепенно титруйте пробу на белом фоне с помощью градуированной пипетки со шприцем-дозатором раствором соляной кислоты до обесцвечивания, и определите объём раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину (Уф, мл).

В процессе добавления раствора соляной кислоты перемешивайте пробу круговыми покачиваниями.

Раствор после титрования карбонат-иона оставьте для дальнейшего определения в нем массовой концентрации гидрокарбонат-иона.

Б. Титрование гидрокарбонат-иона (определение общей щелочности)

4.

Налейте в склянку до метки «10 мл» пробу воды либо используйте раствор после определения карбонат-иона.

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

Добавьте пипеткой 1 каплю раствора смешанного индикатора.



А

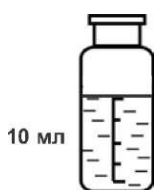


Рис. 25. ???

Раствор перемешайте круговыми покачиваниями.



Рис. 26. ???

6.

А.

Постепенно титруйте пробу на белом фоне с помощью градуированной пипетки со шприцем-дозатором раствором соляной кислоты при перемешивании, до перехода сине-зеленой окраски в серую.

В процессе добавления раствора титранта перемешивайте пробу круговыми покачиваниями.

Определите объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по смешанному индикатору (V_{СМ}, мл). При использовании раствора после титрования карбонат-иона

значением $V_{\text{СМ}}$ необходимо считать суммарный объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование карбоната и гидрокарбоната (т.е. с учетом V_0 , мл).

С. Расчет щелочности

Значение свободной щелочности ($\text{Щ}_{\text{св}}$) и общей щелочности (Щ_0) в ммоль/л эквивалента рассчитайте по формулам:

$$\text{Щ}_{\text{св}} = V_{\text{ф}} \cdot N = V_{\text{ф}} \cdot 0,05$$

$$\text{Щ} = \frac{V_{\text{СМ}} \cdot N \cdot 1000}{V_{\text{А}}} = V \cdot 5$$

$$\text{Щ}_0 = y = V_{\text{СМ}} \cdot 5,$$

где V_0 и $V_{\text{СМ}}$ — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину и смешанному индикатору соответственно, мл; N — точная молярная концентрация раствора соляной кислоты, 0,05 моль/л; $V_{\text{А}}$ — объем пробы воды, взятой для анализа, 10 мл; 1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из моль в ммоль.

Примечание. При определении щелочности путем последовательного титрования одной пробы значение $V_{\text{СМ}}$ включает значение $V_{\text{ф}}$.

Д. Расчет массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов

Для определения массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов используйте значения свободной щелочности ($\text{Щ}_{\text{св}}$), ммоль/л, и общей щелочности (Щ_0), ммоль/л, рассчитанные по п. 6.10 С, применяя соотношения между свободной и общей щелочностью, приведенные в табл. 10 (ГОСТ 52963-2008).

Примечание. Рекомендуемый порядок расчета не применяйте для сильнозагрязненных вод и (или) если в воде присутствуют мешающие вещества.

Таблица 7

Соотношение между свободной и общей щелочностью	Молярная концентрация гидрокарбонатов СГК, ммоль/л	Молярная концентрация карбонатов СК, ммоль/л
$\text{Щ}_{\text{св}} = 0$	Щ_0	0
$2\text{Щ}_{\text{св}} < \text{Щ}_0$	$\text{Щ}_0 - 2\text{Щ}_{\text{св}}$	$\text{Щ}_{\text{св}}$
$2\text{Щ}_{\text{св}} = \text{Щ}_0$	0	$\text{Щ}_{\text{св}}$
$2\text{Щ}_{\text{св}} > \text{Щ}_0$	0	$\text{Щ}_0 - \text{Щ}_{\text{св}}$
$\text{Щ}_{\text{св}} = \text{Щ}_0$	0	0

Массовую концентрацию гидрокарбонатов ($\text{СГК}_{\text{масс}}$), мг/л, и карбонатов ($\text{СК}_{\text{масс}}$), мг/л в анализируемой пробе воды, рассчитывайте по формулам:

$$C_{TM} = C_{,,,} \times 61,$$

$$ГК_{масс} \quad ГК$$

$$СК = СК \times 60,$$

$$К_{масс} \quad К$$

где СК и СК— молярная концентрация гидрокарбонатов и карбонатов соответственно, определенная по табл. 9, ммоль/л;

61 и 60 — молярная масса эквивалента гидрокарбонат- и карбонат-иона соответственно в реакциях титрования, г/моль.

Полученные результаты округлите до целых чисел.

Пример расчета. В первой пробе анализируемой воды объемом 10 мл определили количество раствора кислоты, израсходованное на титрование по фенолфталеину: $V_0 = 0,3$ мл. Во второй пробе той же воды определили количество кислоты, израсходованное на титрование по смешанному индикатору: $V_{CM} = 2,5$ мл. Рассчитываем значения свободной и общей щелочности анализируемой воды:

$$\text{Щ}_{св} = 0,3 \times 5 = 1,5 \text{ ммоль/л}, \quad \text{Щ}_0 = 2,5 \times 5 = 12,5 \text{ ммоль/л}.$$

Далее по табл. 9 определяем для случая $2\text{Щ}_{св} < \text{Щ}_0$:

$$С_{ГК} = \text{Щ}_0 - 2 \text{Щ}_{св} = 9,5 \text{ ммоль/л}, \quad С_{ГК_{масс}} = 9,5 \times 61 = 579,5 @ 580 \text{ мг/л}.$$

$$СК = \text{Щ}_{св} = 1,5 \text{ ммоль/л}, \quad С_{К} = 1,5 \times 60 = 90 \text{ мг/л}.$$

$$К^{CB} \quad ' \quad ' \quad К_{масс} \quad '$$

Е. Расчет карбонатной жесткости

Определите карбонатную жесткость (Жк) в ммоль/л эквивалента по формуле:

$$\text{Жк} = С_{К} + С_{ГК},$$

где $С_{К}$ и $С_{ГК}$ — молярные эквивалентные концентрации карбоната и гидрокарбоната соответственно, определенные по табл. 10.

Если карбонатная жесткость окажется больше общей жесткости, считайте ее равной последней.

Для незагрязненных поверхностных природных вод величину карбонатной жесткости можно принимать равной величине общей щелочности (ммоль/л эквивалента).

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности может быть выполнен путем анализа приготовленных контрольных растворов, имеющих известное содержание карбонат- либо гидрокарбонат-анионов.

Кислород растворенный

Кислород в воде находится в виде гидратированных молекул O_2 . Содержание растворенного кислорода (РК) зависит от температуры, атмосферного давления, степени турбулизации воды, количества осадков, минерализации воды и т.п. Растворимость кислорода возрастает с уменьшением температуры и минерализации и с увеличением атмосферного давления.

В поверхностных водах содержание РК может колебаться от практического отсутствия до 14 мг/л и подвержено значительным сезонным и суточным колебаниям. В эвтрофированных и сильно загрязненных органическими соединениями водных объектах может иметь место значительный дефицит кислорода. Уменьшение концентрации РК до 2 мг/л вызывает массовую гибель рыб и других гидробионтов.

Растворенный кислород является неустойчивым компонентом химического состава вод. При его определении особо тщательно следует проводить отбор проб: необходимо избегать контакта воды с воздухом до фиксации кислорода (связывания его в нерастворимое соединение).

В воде водоемов в любой период года до 12 часов дня концентрация РК должна быть не менее 4 мг/л. ПДК растворенного в воде кислорода для рыбохозяйственных водоемов установлена 6 мг/л (для ценных пород рыбы) либо 4 мг/л (для остальных пород).

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

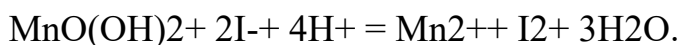
Метод определения массовой концентрации РК в воде является титриметрическим (метод йодометрического титрования, метод Винклера) и пригоден для анализа природных и нормативно-очищенных сточных вод. Данный метод широко используется и является общепринятым при санитарно-химическом и экологическом контроле (ПНД Ф 14.1:2.101-97/2004, РД 52.24.419-95, ИСО 5813). Определение концентрации РК основано на способности гидроксида марганца (II) окисляться в щелочной среде до гидроксида марганца (IV), количественно связывая при этом кислород. В кислой среде гидроксид марганца (IV) снова переходит в двухвалентное состояние, окисляя при этом эквивалентное связанному кислороду количество йода. Выделившийся йод оттитровывают раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала в качестве индикатора.

Определение РК проводится в несколько этапов. Сначала в анализируемую воду добавляют соль Mn (II), который в щелочной среде реагирует с растворенным кислородом с образованием нерастворимого дегидратированного гидроксида Mn (IV) по уравнению:

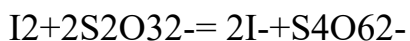


Таким образом производится фиксация, т.е. количественное связывание, кислорода в пробе. Фиксация РК, являющегося неустойчивым компонентом в составе воды, должна быть проведена сразу после отбора пробы.

Далее к пробе добавляют раствор сильной кислоты (как правило, соляной или серной) для растворения осадка и раствор йодида калия, в результате чего протекает химическая реакция с образованием свободного йода по уравнению:



Затем свободный йод титруют раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала, который добавляют для лучшего определения момента окончания титрования. Реакция описывается уравнением:



I_2 + крахмал ® синее окрашивание

О завершении титрования судят по исчезновению синей окраски (обесцвечиванию) раствора в точке эквивалентности. Количество раствора тиосульфата натрия, израсходованное на титрование, является мерой концентрации растворенного кислорода.

В ходе анализа воды определяют концентрацию РК (в мг/л) и степень насыщения им воды (в %) по отношению к равновесному содержанию при данных температуре и атмосферном давлении.

Мешающее влияние на аналитическое определение РК могут оказывать вещества (взвешенные и окрашенные, биологически активные, восстановители, реагирующие с выделившимся йодом, окислители, выделяющие йод из йодида калия) в концентрациях, встречающихся только в сточных и загрязненных поверхностных водах.

Влияние нитритов, которые часто встречаются в природных и сточных водах, устраняют добавлением раствора сульфаминовой кислоты.

Определение РК является частью анализа при определении другого важнейшего показателя качества воды — биохимического потребления кислорода (БПК).

Диапазон измеряемых концентраций РК составляет от 1 мг/л до 15 мг/л.

Для выполнения одного измерения концентрации РК необходимо около 130 мл пробы воды, для определения БПК₅ — 500 мл. Продолжительность выполнения анализа одной пробы на содержание РК составляет не более 20 мин.

Нитраты

Нитраты являются солями азотной кислоты и обычно присутствуют в воде. Нитрат-ион содержит атом азота в максимальной степени окисления «+5».

ПДК нитратов (по NO_3):

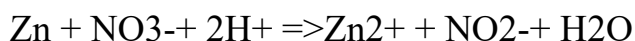
- для питьевой воды и воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения — 45 мг/л;
- для водоемов рыбохозяйственного назначения — 40 мг/дм³ (9,1 мг/л по азоту);
- для почвы — 130 мг/кг.

Лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения нитрат-ионов является визуально-колориметрическим и позволяет выполнять экспресс-анализ питьевой, нормативно-очищенной сточной, природной и др. вод, а также нитратов и нитратного азота в почве.

Определение нитрат-ионов в жидкой пробе (воде или почвенной вытяжке) основано на предварительном восстановлении цинковой пылью нитрат-ионов до нитрит-ионов с последующим образованием азокрасителя. Восстановление нитрат-иона до нитрит-иона протекает в слабокислой среде по реакции:



Далее образовавшийся нитрит-ион в слабокислой среде реагирует с реактивом Грисса (смесью сульфаниловой кислоты и α-нафтиламина). При этом протекают реакции диазотирования и азосочетания, в результате которых образуется азосоединение (азокраситель), имеющее пурпурную окраску:

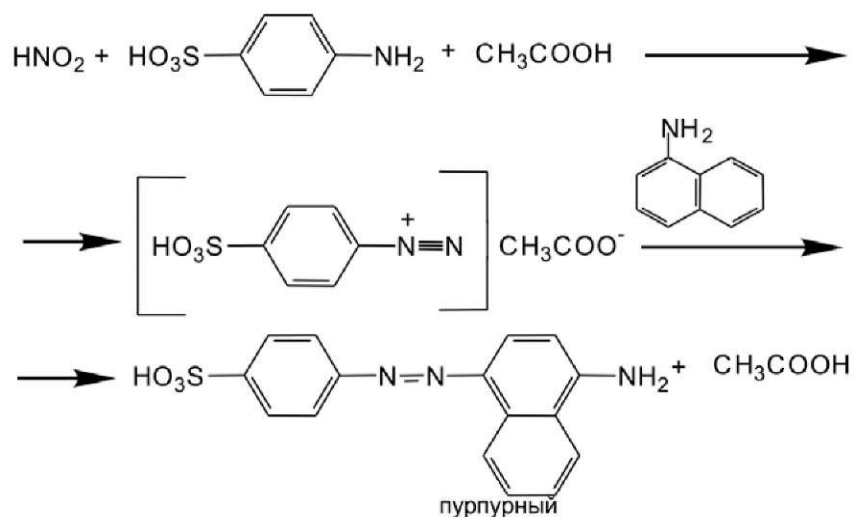


Рис. 27. ???

При определении содержания нитратов в почве их сначала извлекают из неераствором хлорида калия и далее анализируют почвенную вытяжку тем же методом.

Концентрация нитрат-ионов в анализируемой пробе определяется визуально-колориметрически путем сравнения окраски пробы с контрольной пленочной шкалой образцов окраски. Содержание нитрат-ионов и азота нитратов в почве определяется расчетным путем исходя из концентрации нитрат-ионов в почвенной вытяжке.

Диапазон определяемых концентраций нитрат-ионов в жидкой пробе составляет от 0 до 45 мг/л при объеме пробы 6 мл. Продолжительность выполнения анализа — не более 25 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка-капельница полимерная на 3 мл, пробирка градуированная с пробкой (2 шт.), склянка для колориметрирования с меткой «10 мл» (2 шт.), флакон для приготовления реактива на нитрат-ионы, шпатель.

Порошок цинкового восстановителя, раствора-нафтиламина, раствор сульфаниловой кислоты.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб «Нитрат-ионы» (0—1,0—5,0-10-20-45 мг/л).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в приготовлении реактива на нитрат-ионы, имеющего ограниченный срок годности.

Приготовление реактива на нитрат-ионы. С помощью градуированных пробирок обмеряются равные объемы растворов α -нафтиламина и сульфаниловой кислоты и смешиваются во флаконе для приготовления реактива на нитрат-ионы. Реактив готовится в количествах, необходимых для проведения анализа, и используется в день приготовления.

С

Д Растворы α -нафтиламина и сульфаниловой кислоты являются растворами в разбавленной уксусной кислоте.

! При работе с ними следует соблюдать правила безопасности.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении нитрат-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

Допускается хранение проб в течение не более 1 суток при условии их консервации подкислением до pH менее 2 и охлаждении до 2-5°C либо при консервации добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л пробы и охлаждении до 2-5°C.

П р и м е ч а н и е. Не допускается использовать для подкисления проб азотную кислоту.

При отборе проб грунтовых и поверхностных вод на месте отбора проводится фильтрование проб через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и охлаждение до 2-5°C. Срок хранения таких проб — не более 2 суток.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.

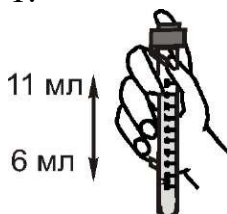


Рис. 28. ???

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5. О приготовлении почвенной вытяжки см. в п. 5.4.

Ополосните градуированную пробирку несколько раз анализируемой водой или почвенной вытяжкой. Налейте в пробирку 6 мл анализируемой пробы, прибавьте дистиллированную воду до объема 11 мл и перемешайте.

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

К содержимому пробирки пипеткой добавьте 2,0 мл свежеприготовленного реактива на нитрат-ионы, закройте пробирку пробкой и встряхните для перемешивания раствора.

3.

Прибавьте в пробирку около 0,2 г порошка цинкового восстановителя, используя шпатель

5 мин.

10 мл

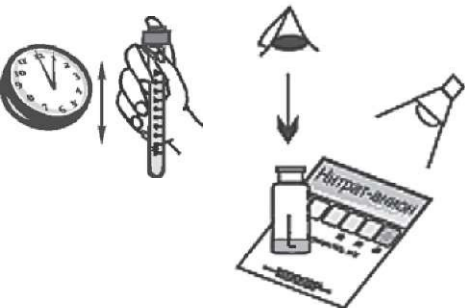


Рис. 29. ???

(0,2 г порошка заполняют 1/3 объема шпателя без горки). Закройте пробирку пробкой и перемешайте.

Оставьте пробирку на 5 мин. для полного протекания реакции, периодически встряхивая содержимое пробирки.

Перелейте раствор из пробирки в склянку для колориметрирования до метки «10 мл», стараясь не допустить попадания осадка в склянку.

6.

г2 мл реактива на нитрат-анион



Соблюдайте осторожность при добавлении реактива на нитрат-ионы.

О



0,2 г порошкавосстановителя



Проведите колориметрирование пробы. При визуальном колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрат-ионов (С в мг/л.

7.

Рассчитайте содержания нитрат-ионов и азота нитратов в почве.

Исходя из концентрации нитрат-ионов в почвенной вытяжке (С), рассчитайте содержание нитратов и массовую долю азота нитратов в почве по формулам (1) и (2) соответственно:

$$C_{\text{п}} = 2,5 \times C \quad (1)$$

$$2,5 \times 14 \times C \times 10^{-6} \quad C_{\text{п}} \times 14 \times 10^{-6}$$

$$w_{\text{N}} = \frac{\quad}{62} = \frac{\quad}{62}, \quad (2)$$

$$N_{62}$$

где $C_{\text{п}}$ — концентрация нитрат-ионов в почве (мг/кг почвы);

2,5 — соотношение массы раствора хлорида калия и массы почвы;

С — концентрация нитрат-ионов в почвенной вытяжке (в мг/л);

w_{N} — массовая доля азота нитратов в почве;

14 — относительная атомная масса азота;

62 — относительная молекулярная масса нитрат-иона;

10^{-6} — коэффициент пересчета мг в кг.

Для облегченного расчета содержания нитрат-ионов и азота нитратов в почве рекомендуется пользоваться табл. 13.

Соотношение концентрации нитрат-ионов в почвенной вытяжке, содержания нитрат-ионов в почве и массовой доли азота нитратов в почве

Концентрация нитратов в почвенной вытяжке, мг/л	1	5	10	20	45
Концентрация нитратов в почве, мг/кг почвы	2,5	12,5	25	50	112,5
Массовая доля азота нитратов в почве, $\times 10^{-6}$	0,56	2,8	5,6	11	25

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа может быть выполнен путем анализа стандартного раствора нитрат-иона при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.17. Нитриты

Нитрит-ионы содержат атомы азота в промежуточной степени окисления +3. Благодаря способности превращаться в нитраты, нитриты, как правило, отсутствуют в поверхностных водах. Нитриты образуются как промежуточные продукты при биологическом разложении азотсодержащих органических соединений, поэтому наличие в анализируемой воде повышенного содержания нитритов свидетельствует о ее загрязнении.

ПДК нитритов (по NO_2) в воде водоемов составляет 3,3 мг/л (или 1 мг/л нитритного азота), лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения нитрит-иона является колориметрическим и пригоден для анализа питьевой, природной и нормативно-очищенной сточной воды (МВИ-10-149-10). Определение основано на реакции нитрит-иона с реактивом Грисса (смесь сульфаниловой кислоты и α -нафтил амина). При этом протекают реакции диазотирования и азосочетания, в результате которых образуется азосоединение, имеющее розово-фиолетовую окраску. Соответствующее уравнение реакции при аналитическом определении нитритов см. в п. 6.16.

Окрашенная проба колориметрируется визуально-колориметрически либо фотоколориметрически.

Диапазон определяемых концентраций нитрит-иона: при визуально-колориметрическом определении — от 0,02 до 2 мг/л; при фотоколориметрическом определении (525 нм) — от 0,02 до 0,6 мг/л.

Объем пробы составляет 5 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении нитрит-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

Допускается хранение проб в течение не более 1 суток при условии их консервации подкислением до pH менее 2 и охлаждении до 2-5 °С.

Допускается также хранение проб в течение не более 2 суток при условии их консервации добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л воды и хранения в холодильнике (2-5 °С).

П р и м е ч а н и е. Не допускается использование азотной кислоты для подкисления проб.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

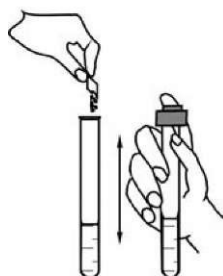
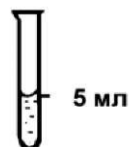
Пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пробирка колориметрическая с меткой «5 мл» с пробкой (2 шт.). Реактив Грисса в капсулах по 0,04-0,05 г.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски «Нитрит-ион» (0; 0,02; 0,10; 0,50; 2,0 мг/л).

При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест-2020» или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.



20 мин

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку пробу воды до метки «5 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

2.

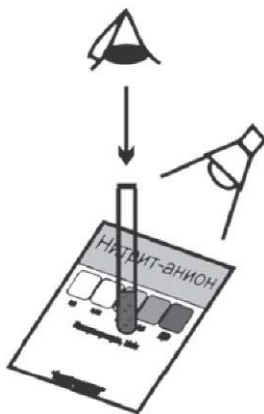
Добавьте в пробирку к пробе содержимое одной капсулы реактива Грисса.

Закройте пробирку пробкой и перемешайте раствор в пробирке встряхиванием до растворения кристаллов реактива.

Пробирку с раствором оставьте на 20 мин. до полного завершения реакции.

Проведите колориметрирование пробы. При визуальном колориметрическом определении пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрит-иона в мг/л.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА



Контроль точности при определении нитритов проводят путем анализа стандартного раствора с известным содержанием нитрит-иона (ГСО).

6.30. Хлориды

Хлориды присутствуют практически во всех пресных поверхностных и грунтовых водах, а также в питьевой и минеральной воде.

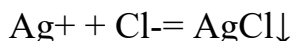
Большие количества хлоридов могут образовываться в промышленных процессах концентрирования растворов, ионного обмена, выщелачивания и т.д., образуя сточные воды с высоким содержанием хлорид-иона.

Хотя соленые воды очень коррозионноактивны по отношению к металлам, пагубно влияют на рост растений и вызывают засоление почв, высокие концентрации хлоридов в питьевой воде не оказывают токсического воздействия на человека.

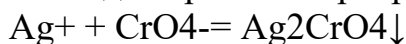
Если в воде присутствует хлорид натрия, она имеет соленый вкус уже при концентрациях свыше 250 мг/л. В случае хлоридов кальция и магния соленость воды возникает при концентрациях свыше 1000 мг/л. Именно по органолептическому показателю (вкусу) установлена ПДК по хлоридам для питьевой воды, воды водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения, равная 350 мг/л. Для воды водоемов рыбохозяйственного назначения ПДК хлоридов составляет 300 мг/л. Лимитирующий показатель вредности — органолептический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения массовой концентрации хлорид-иона является титриметрическим (метод аргентометрического титрования), широко распространен (ИСО 9297, МВИ-02-144-09, ПНД Ф 14.1:2.96-97) и применяется для анализа питьевой и природных вод, а также очищенной сточной воды. Определение основано на титровании хлорид-ионов раствором нитрата серебра при pH 5,0-8,0, в результате чего образуется суспензия практически нерастворимого хлорида серебра. Уравнение химической реакции записывается следующим образом:



В качестве индикатора используется хромат калия, который реагирует с избытком нитрата серебра с образованием хорошо заметного оранжево-бурого осадка хромата серебра по уравнению:



Оранжево-бурый

Бромиды и йодиты титруются совместно с хлоридами, однако ввиду их относительно малой концентрации в водах (обычно менее 0,5 мг/л) их вклад в результат считается незначимым.

При определении содержания хлоридов в почвенной вытяжке их сначала извлекают из почвы водой (соотношение сухая почва-вода — 1:5) и далее анализируют почвенную вытяжку тем же методом, выражая концентрацию ионов в мг/кг почвы. Приготовление почвенной вытяжки см. в п. 5.4.

Диапазон измеряемых концентраций хлорид-иона — от 10 до 1200 мг/л. Объем пробы составляет от 1 до 50 мл, в зависимости от концентрации хлоридов в пробе. Продолжительность анализа — не более 10 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка для титрования градуированная на 2 мл или на 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой; пипетка-капельница полимерная на 1 мл; склянка мерная с меткой «10 мл» с пробкой (2 шт.).

Колба коническая на 100 мл, цилиндр на 50 мл (для определения малых концентраций хлоридов, в состав некоторых изделий не входит).

Раствор азотнокислого серебра (0,05 моль/л экв.), раствор хромата калия (10%).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении хлоридов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — 1 месяц.

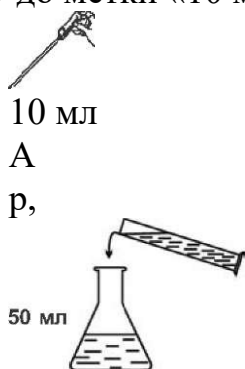
Объем пробы анализируемой воды, используемой для анализа, выбирается по табл. 17 в зависимости от предполагаемого уровня концентрации хлорид-иона.

Таблица 17

Предполагаемая концентрация хлорид-иона, мг/л	Объем пробы, мл
10-50	50
50-350	10
350-700	5
700-1200	1

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой или почвенной вытяжкой. Налейте в склянку объем пробы воды или вытяжки в соответствии с табл. 17. В случае предполагаемой концентрации хлорид-иона выше 350 мг/л пробу в объеме согласно табл. 17 градуированной пипеткой поместите в мерную склянку, туда же добавьте дистиллированную воду до метки «10 мл».



При концентрации хлорид-иона менее 50 мг/л пробу наливайте мерным цилиндром в коническую колбу на 100 мл, в которой далее проводите определение как описано ниже.

Проведите титрование пробы. Для этого к содержимому склянки добавляйте раствор азотнокислого серебра (титранта), используя градуированную пипетку со шприцем-дозатором. Раствор титранта добавляйте постепенно, по каплям, при перемешивании, до появления не исчезающей оранжево-желтой окраски раствора.

Определите объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование ($V = V_0 - V_K$, мл).

П р и м е ч а н и е.

Для четкого определения точки эквивалентности при титровании окраску пробы анализируемой воды рекомендуется сравнивать с окраской холостой пробы, в качестве которой используйте склянку с таким же объемом анализируемой воды и раствора хромата калия.

4.

Рассчитайте концентрацию хлорид-иона ($C_{\text{хл}}$, мг/л) в анализируемой воде по формуле:

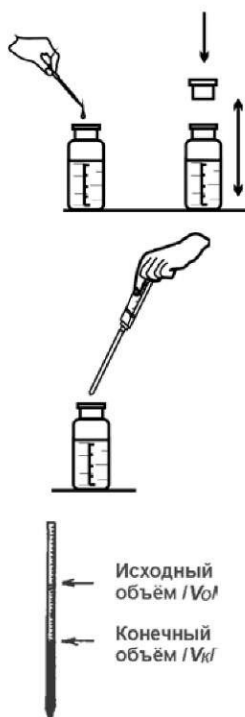
$$C_{\text{хл}} = \frac{V_{\text{х}} \cdot N_{\text{х}} \cdot 35,5 \cdot 1000}{V_{\text{н}}} \cdot \frac{V_{\text{с}}}{V_{\text{н}}} \cdot \frac{1}{1775},$$

где

V — объем раствора азотнокислого серебра, израсходованный на титрование, мл;

N — концентрация раствора азотнокислого серебра, 0,05 моль/л; $V_{\text{н}}$ — объем воды, взятой на анализ, согласно табл. 17, мл; 35,5 — молярная масса эквивалентна хлора, г/моль; 1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА



Добавьте пипеткой-капельницей 3 капли раствора хромата калия.

Закройте склянку пробкой и перемешайте раствор.

Контроль точности может быть выполнен путем анализа стандартного раствора хлорида калия или ГСО, имеющего известное содержание хлорид-иона.

6.24. Сульфаты

Сульфаты — распространенные компоненты природных вод. Их присутствие в воде обусловлено растворением некоторых минералов — природных сульфатов (гипс), а также переносом с дождями содержащихся в

воздухе сульфатов. Последние образуются при реакциях окисления в атмосфере оксида серы (IV) дооксида серы (VI), образования серной кислоты и ее нейтрализации (полной или частичной):

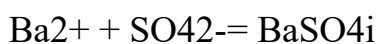


Наличие сульфатов в промышленных сточных водах обычно обусловлено технологическими процессами, протекающими с использованием серной кислоты (производство минеральных удобрений, химическая промышленность). Сульфаты в питьевой воде не оказывают токсического воздействия на человека, однако ухудшают вкус воды: ощущение вкуса сульфатов возникает при их концентрации 250-400 мг/л. Сульфаты могут вызывать отложение осадков в трубопроводах при смешении двух вод с разным минеральным составом, например сульфатных и кальциевых (в осадок выпадает CaSO_4).

ПДК сульфатов в воде водоемов хозяйственно-питьевого назначения составляет 500 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведены два метода определения массовой концентрации сульфат-иона — визуально-турбидиметрический и титриметрический. Определение сульфат-ионов каждым методом на первой стадии основано на реакции сульфат-ионов с катионами бария с образованием нерастворимой суспензии сульфата бария по реакции:



Определение сульфатов выполняют в прозрачной воде (при необходимости воду фильтруют).

При наиболее простом, визуально-турбидиметрическом определении, о концентрации сульфат-ионов судят по количеству суспензии сульфата бария. При этом визуально измеряют высоту столба суспензии по его прозрачности. Для работы необходим мутномер (рис. 13).

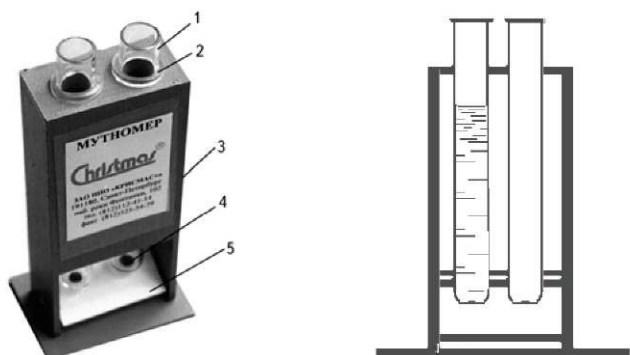


Рис. 13. Мутномер с мутномерными пробирками: а — общий вид; б — в разрезе; 1 - мутномерная пробирка; 2 - ограничительное кольцо; 3 - корпус мутномера; 4 - черная точка; 5 - экран мутномера.

Визуально-турбидиметрический метод применим при концентрациях сульфат-ионов от 30 до 70 мг/л. При более высоких концентрациях сульфатов необходимо проводить разбавление пробы. Объем пробы — 30 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

При титриметрическом определении образующийся в растворе после полного связывания сульфат-ионов (достижения точки эквивалентности) избыток ионов бария реагирует с индикатором ортаниловым К с образованием комплексного соединения. При этом окраска раствора изменяется от сине-фиолетовой до зеленовато-голубой. Титрование проводится при рН 4. Определение проводится по МВИ-15-142а-11, метод аналогичен ПНД Ф 14.1:2.107-97 и применим при концентрациях сульфат-ионов от 30 до 300 мг/л. Объем пробы 2,5 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

При определении содержания сульфатов в почвенной вытяжке их сначала извлекают из почвы водой (соотношение сухая почва-вода — 1:5) и далее анализируют почвенную вытяжку тем же методом, выражая концентрацию ионов в мг/кг почвы. Приготовление почвенной вытяжки см. в п. 5.4.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении сульфат-иона используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 7 суток при условии охлаждения до 2-5°C.

Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

А. Определение сульфат-ионов визуально-турбидиметрическим методом ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Мутномер (рис. 13), пипетка-капельница полимерная на 1 мл и 3 мл, пробирка мутномерная (2 шт.) со шкалой 100 мм, рисунком-точкой на дне, резиновым кольцом-фиксатором и пробкой.

Раствор нитрата бария (насыщенный), раствор соляной кислоты (20%).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

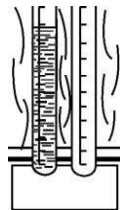
Экран мутномера устанавливают под углом около 45° к подставке. Работа проводится при рассеянном, но достаточно сильном (200-500 Лк) дневном (искусственном, комбинированном) освещении экрана мутномера.

В каждое отверстие мутномера вставляют мутномерную пробирку с надетым на нее резиновым кольцом в положении, фиксирующем пробирку таким образом, чтобы нижняя ее часть была выдвинута в вырез мутномера на расстояние около 1 см (при этом дно пробирки окажется на требуемом расстоянии — около 2 см от экрана).

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

100 мм

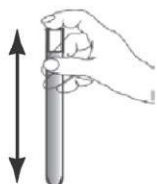
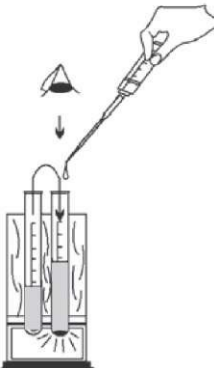
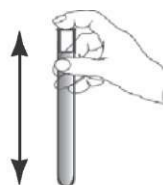
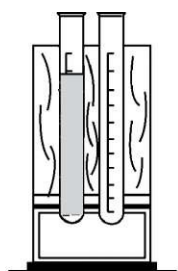


Ополосните пробирки мутномерные несколько раз анализируемой водой или почвенной вытяжкой. В одну из пробирок налейте пробу воды или вытяжки до высоты 100 мм (10-15 мл).

2.

Соблюдайте осторожность: нитрат бария токсичен!

Закройте пробирку пробкой и встряхните, чтобы перемешать содержимое.



3.



4.

5-7 мин.

Добавьте к пробе в пробирке пипетками 2 капли раствора соляной кислоты и 14-15 капель раствора нитрата бария.

Пробирку с раствором оставьте на 5-7 мин. для образования белого осадка (суспензии).

5.

Закрытую пробирку снова встряхните, чтобы перемешать содержимое.

6.

Переносите пипеткой-капельницей на 3 мл образовавшуюся суспензию во вторую (пустую) пробирку до тех пор, пока в первой пробирке не появятся четкие границы рисунка на дне. Измерьте по шкале высоту столба суспензии в первой пробирке (h_1 , мм).

Примечания.

Установите вращающийся экран мутномера так, чтобы обеспечить максимальную освещенность дна пробирки с рисунком.

Если изображение на дне мутномерной пробирки возникает при высоте столба суспензии менее 40 мм, пробу разбавьте дистиллированной водой в зависимости от предполагаемой концентрации сульфат-ионов и определение повторите.

7.

Продолжайте переносить суспензию во вторую пробирку до тех пор, пока не скроется изображение рисунка.

Измерьте высоту столба суспензии во второй пробирке

(h , мм).

Рассчитайте среднее арифметическое измерений высоты столба суспензии (h , мм) по формуле:

$$h = h_1 + h_2 / 2$$

9.

По табл. 15 определите концентрацию сульфат-иона в пробе (C), в мг/л.

Таблица 15

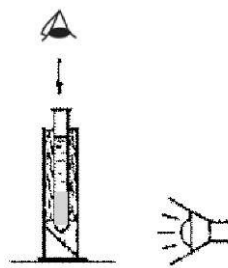
Определение концентрации сульфат-иона

Высота столба суспензии h , мм	Массовая концентрация сульфат-иона в пробе $C_{пр}$, мг/л	Высота столба суспензии h , мм	Массовая концентрация сульфат-иона в пробе $C_{пр}$, мг/л
100	33	65	50
95	35	60	53
90	38	55	56
85	40	50	59
80	42	45	64
75	45	40	72
70	47	—	—

10.

Рассчитайте концентрацию сульфат-ионов в анализируемой воде (C_c) с учетом степени разбавления по формуле:

$$C_c = C_{пр} \cdot n$$



8.

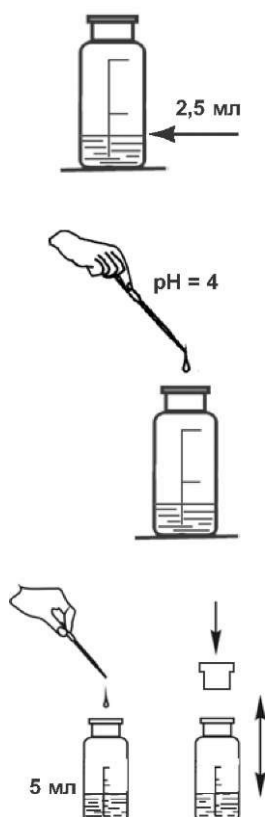
где СПР— концентрация сульфат-ионов в пробе, определенная по табл. 15; К— коэффициент разбавления анализируемой воды.

В. Определение сульфат-ионов титриметрическим методом

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка лабораторная, пипетка-капельница полимерная на 1 мл и 3 мл, пипетка градуированная для титрования с отрезком трубки и шприцем-дозатором, склянка с меткой «2,5 мл», фильтры бумажные.

Бумага индикаторная универсальная, раствор гидроксида натрия (0,1 моль/л), раствор кислоты соляной (0,1 моль/л), раствор хлорида бария (0,02 моль/л эквивалента), раствор индикатора ортанилового К в этаноле.



Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку 2,5 мл пробы воды, используя для точности пипетку-капельницу.

Доведите pH пробы до pH 4 растворами гидроксида натрия либо соляной кислоты, прибавляя их с помощью пипетки-капельницы, в зависимости от pH среды. Контролируйте значение pH по универсальной индикаторной бумаге.

Используя пипетку-капельницу, добавьте в склянку с анализируемой водой раствор ортанилового К до метки «5 мл». Закройте склянку пробкой и перемешайте раствор.

Соедините шприц-дозатор с пипеткой для титрования. С помощью шприца наберите в пипетку для титрования раствор хлорида бария.

Постепенно, по каплям, титруйте содержимое склянки раствором хлорида бария до появления не исчезающей зеленовато-голубой окраски.

Примечание.



Для четкого определения точки эквивалентности окраску титруемой пробы сравнивайте с окраской холостой пробы, в качестве которой используйте склянку с таким же объемом анализируемой воды и индикатора.



Соблюдайте осторожность: хлорид бария токсичен!

5.

Определите объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование (V , мл):

$$V = V - V$$



ОК

Рассчитайте концентрацию сульфатов ($C_{\text{смг/л}}$) в анализируемой воде по формуле:

$$C = \frac{48,03 \times V \times C_{\text{СБ}} \times 1000}{V_n} = 384 \times \frac{V}{V_n}$$

где 48,03 — молярная масса эквивалента сульфат-иона, г/моль;

V — объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование, мл;

$C_{\text{СБ}}$ — концентрация раствора хлорида бария, используемого для титрования, 0,02 моль/л эквивалента;

1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы;

V_n — объем пробы, взятой для титрования, 2,5 мл.

Пример расчета. На титрование 2,5 мл анализируемой воды израсходовано 0,5 мл раствора хлорида бария. Рассчитываем концентрацию сульфат-иона в воде:

$$C_{\text{с}} = 384 \times 0,5 = 192 \text{ мг/л.}$$

Концентрация сульфат-ионов в анализируемой воде составляет 192 мг/л.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении сульфат-ионов может быть выполнен путём анализа стандартных растворов сульфата натрия (по иону SO_4^{2-}), имеющих известную концентрацию сульфатов.

7. Форма предоставления отчета по практике:

Учебная ознакомительная практика включает в себя сбор и систематизацию фактического и литературного материала, при этом рекомендуется воспользоваться материалами, доступными в библиотеке, в том числе электронной. При подготовке плана и отчета по практике используется шаблон, рекомендованный учебно-методическим пособием, разработанным коллективом кафедры экологии и природопользования СКФУ. К защите отчета рекомендуется подготовить материалы в виде

презентации. В отчете должны быть приведены: обоснованность и целесообразность выполнения исследований, материал, полученный в процессе прохождения практики и выводы.

К зачету каждый из студентов должен представить личный дневник по практике с полным отчетом по каждой изученной теме.

Во 2 семестре проводится защита отчета по практике, по итогам которой выставляется дифференцированный зачет.

8. Критерии выставления оценок:

Оценка **«отлично»** выставляется студенту, если он имеет глубокие знания программного материала, умеет тесно увязывать теорию с практикой и владеет разносторонними навыками и приемами выполнения практических задач.

Оценка **«хорошо»** выставляется студенту, если имеются твердые знания материала, но допускаются несущественные неточности в ответе, правильно применяются теоретические знания при решении практических вопросов и задач, имеются необходимые навыки и приемы их выполнения.

Оценка **«удовлетворительно»** выставляется студенту, если имеются знания только основного материала, но не усвоены его детали, допускаются неточности, недостаточно правильные формулировки, нарушения логической последовательности в изложении программного материала, затрудняется в применении теоретических знаний на практике.

Оценка **«неудовлетворительно»** выставляется студенту, если отсутствуют знания, умения и навыки по отдельным темам.

13. Учебно-методическое и информационное обеспечение учебной практики

13.1. Рекомендуемая литература.

13.1.1. Основная литература:

1. Бродский А. К. Общая экология. – М.: Издательский центр «Академия», 2013.

13.1.2. Дополнительная литература:

1. Савельева В.В. Природа города Ставрополя. – Ставрополь: Сервисшкола, 2002.
2. Савельева В.В., Годзевич Б.Л. Природное и природно-культурное наследие Ставрополя. – Ставрополь: Ставропольсервисшкола, 2000.
3. Экологический паспорт г. Ставрополя. — Ставрополь, 1995
4. Биоиндикация загрязнений наземных экосистем. – М.: Мир, 1988.
5. Дончева А.В., Казаков Л.К., Калуцков В.Н. Ландшафтная индикация загрязнения природной среды. М.: Экология, 1992.
6. Физическая география Ставропольского края. - Ставрополь: Сервисшкола, 2009.

7. Экологический мониторинг. – М.: Академический Проект: Альма Матер, 2008.

13.1.3. Методическая литература:

1. Методическое руководство по биотестированию воды. РД 18-02-90. М.: Госкомприроды СССР, 1991.
2. Методы исследования качества воды водоемов. М.: Меденица, 1990.
3. Барковский В.Ф., Городенцева Т.Б., Топорова Н.П. Основные физико-химические методы анализа. – М.: Высшая школа, 1993
4. Справочная литература, ежегодные отчеты МПР о состоянии окружающей среды Ставропольского края и др.
5. Научно-учебная лаборатория «Биогеохимии окружающей среды»
6. Электронный учебник «Экология». Л.В. Передельский, В.И. Коробкин, О.Е. Приходченко.
7. Фонды зоологического музея СГУ.
8. Фонды геологического музея СГУ.
9. Справочная литература, ежегодные отчеты МПР о состоянии окружающей среды Ставропольского края и др.

13.1.4. Интернет-ресурсы:

1. www.priroda.ru
2. www.list.priroda.ru
3. www.mnr.gov.ru (сайт министра РФ по природным ресурсам)
4. www.forest.ru
5. www.ecoline.ru
6. www.fegi.ru
7. www.wwf.ru
8. www.greenpeace.ru

Приложение1

ПРОТОКОЛ ИССЛЕДОВАНИЯ КАЧЕСТВА ВОДЫ⁴

Наименование источника (водоема)

Место взятия пробы

Кем взята проба

Дата (число, час) взятия пробы

Условия хранения пробы (продолжительность, температура)

Дата и время проведения анализа

Определяемые показатели и результаты анализов

Наименование показателя	Используемый метод (оборудование)	Результат

Заключение (выводы)

Подпись Дата

Дополнительные исследования(при подозрении на загрязненность воды)

Предполагаемые промышленные и сельскохозяйственные загрязнения

⁴ Составлен на основе форм протоколов исследования качества воды подземных и поверхностных источников водоснабжения (ГОСТ 17.1.3.03).

Результаты дополнительных анализов

Наименование показателя	Используемый метод(оборудование)	Результат

Заключение (выводы)

Подпись Дата