

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ «ЧЕРНІГІВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»

**ТЕХНОЛОГІЯ ВОДИ ТА
ВОДОПІДГОТОВКИ ХАРЧОВИХ
ВИРОБНИЦТВ**

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ
ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
для здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня
спеціальності 181 «Харчові технології»

Обговорено і рекомендовано
на засіданні кафедри
харчових технологій
Протокол № 6
від 15.06.22

Чернігів 2022

Технологія води та водопідготовки харчових виробництв. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт для здобувачів вищої освіти першого (бакалаврського) рівня спеціальності 181 «Харчові технології» / Укл.: Буяльська Н.П., Челябієва В.М., Денисова Н.М. – Чернігів: НУ «Чернігівська політехніка», 2022.– 63 с.

Укладачі: БУЯЛЬСЬКА НАТАЛІЯ ПАВЛІВНА, кандидат технічних наук, доцент
ЧЕЛЯБІЄВА ВІКТОРІЯ МИКОЛАЇВНА, кандидат технічних наук, доцент
ДЕНИСОВА НАТАЛІЯ МИКОЛАЇВНА, кандидат технічних наук, доцент

Відповідальний за випуск: ХРЕБТАНЬ ОЛЕНА БОРИСІВНА, завідувач кафедри харчових технологій, кандидат технічних наук, доцент

Рецензент: Цибуля Сергій Дмитрович, доктор технічних наук, професор кафедри харчових технологій Національного університету «Чернігівська політехніка»

Зміст	Стор.
Вступ	4
Лабораторна робота № 1. Основні органолептичні показники якості води. Визначення дози коагулянта для освітлення та прояснення води	5
Лабораторна робота № 2. Визначення масової концентрації сульфатів у воді	14
Лабораторна робота № 3. Вимірювання масової концентрації хлоридів у поверхневих та підземних водах титриметричним методом	23
Лабораторна робота № 4. Вимірювання масової концентрації кальцію та магнію у неочищених та очищених поверхневих та підземних водах	27
Лабораторна робота № 5. Визначення вмісту сполук фосфору та силіцію у водопровідній, б'юветній і річковій воді	32
Лабораторна робота № 6. Визначення концентрації нітрит-іонів фотометричним методом	41
Лабораторна робота № 7. Визначення загального феруму в поверхневих водах	45
Рекомендована література	51
Додатки	
Додаток А – Правила роботи в лабораторії і техніка безпеки	53
Додаток Б – Санітарно-хімічні показники безпечності та якості питної води	55
Додаток В – Підготовка активованого вугілля до роботи	63

Вступ

Підприємства з виробництва харчових продуктів користуються водою переважно із централізованих систем водопостачання або із власних артезіанських та інших свердловин. У першому випадку, вода вже доведена до стандартів питної на спеціальних водопідготовчих станціях. У другому випадку вода може не відповідати питній. Досягти високих показників харчових продуктів і напоїв, використовуючи таку воду, неможливо. Для доведення складу води до відповідних вимог використовують різні способи додаткового оброблення. Практично немає жодного універсального способу оброблення, який можна було б застосовувати до води з будь-якою первісною якістю. Вибір способу водопідготовки залежить від якості вихідної води, прийнятої технології виробництва, потужності підприємства і визначається індивідуально для кожного заводу з урахуванням властивих йому особливостей. Для одержання води, що відповідає вимогам харчової промисловості, допускається використання комбінованих схем водопідготовки.

Мета дисципліни «Технологія води та водопідготовки харчових виробництв» – надання студентам теоретичних основ та практичних навичок у області технології питної, мінеральної та технічної води, а також у напрямку удосконалення систем водопідготовки, що є важливим для майбутнього фахівця харчової промисловості щодо покращення екологічного стану довкілля регіону, області чи країни в цілому.

Завдання дисципліни – формування у майбутніх фахівців умінь та компетенцій для забезпечення ефективного функціонування споруд водопідготовки, аналізу головних проблем в технології води і та шляхів їх усунення, вибору методу очищення вод в залежності від вихідного складу.

Здобувачі повинні вміти:

- вчитися, здобувати нові знання, уміння з питань водопідготовки питної води;
- застосовувати професійні знання основних критеріїв оцінки якості джерел води для питного водопостачання на практиці;
- проводити підбір технологічних схем, вибирати обладнання для водопідготовки з метою забезпечення населення питною водою;
- розробляти заходи щодо доведення природної води до стандартів питної на основі знань про сучасні технології водопідготовки;

Знати:

- принципи оптимізації технологічних процесів водопідготовки харчових виробництв;
- основні джерела питної води;
- способи коригування хімічного складу води питного призначення;
- способи коригування органолептичних властивостей води питного призначення,
- знати роль компонентів хімічного складу води у життєдіяльності людини;
- технологію мінеральних вод.

Лабораторна робота № 1

Основні органолептичні показники якості води. Визначення дози коагулянта для освітлення та прояснення води

1.1 Мета: вивчити основні органолептичні показники якості води, визначити кольоровість, запах і присмак питної води та визначити дози коагулянта для освітлення та прояснення води.

1.2 Короткі теоретичні відомості

Питна вода, яку безпосередньо використовує населення, повинна бути доброякісною, тобто мати хороші органолептичні властивості, бути нешкідливою за хімічним, у тому числі радіонуклідним, складом, безпечною в епідемічному плані та фізіологічно повноцінною. Воду з хорошими органолептичними ознаками вважаємо такою, що не має запаху, без смаку та присмаку. Прозору, некаламутну, не забарвлену, тобто таку, яка не містить помітних на око домішок (плівок, осаду, завислих частинок тощо), прохолодну. Така вода не справлятиме негативного впливу на нервово-психічний стан людини, дивись ДСанПіН 2.2.4-171-10 «Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною» (додаток Б).

Органолептичні властивості води – це ті її ознаки, що сприймаються органами чуття людини і оцінюються за інтенсивністю сприйняття. Нюхові, смакові, зорові, теплові відчуття зумовлені фізико-хімічними характеристиками води й передусім наявністю певних хімічних речовин (органічних, мінеральних солей, газів). Саме вони й надають воді запаху, смаку, присмаку, забарвлення, каламуті тощо. Тому органолептичні якості води характеризуються показниками двох підгруп: фізико-органолептичними, які становлять собою сукупність органолептичних ознак, що сприймаються органами чуття, та хіміко-органолептичними, які свідчать про вміст певних хімічних речовин, здатних подразнювати рецептори відповідних аналізаторів і зумовлювати ті чи ті відчуття.

Хороші органолептичні властивості води позитивно впливають на організм людини. Так, приємна на смак вода підвищує гостроту зору і частоту серцевих скорочень, а неприємна — знижує. Неможливо не враховувати й естетичний вплив органолептичних властивостей води. Тут доречно згадати слова Ф.Ф. Ерісмана: «Було б непробачною помилкою вважати задоволення цієї естетичної потреби розкішшю, бо тут естетика і гігієна поєднуються так, що роз'єднати їх практично не є можливим».

Запах – здатність наявних у воді хімічних речовин випаровуватися і, створюючи тиск пари над поверхнею води, подразнювати рецептори слизових оболонок носа та синусних пазух, зумовлюючи відповідне відчуття.

За характером розрізняють природні (ароматичний, болотний, гнильний, рибний, трав'яний і т. ін.), специфічні (аптечний) і невизначені запахи. Але для гігієнічного оцінювання й порівняння якості води недостатньо такої характеристики. Зрозуміло, що один і той самий запах може мати різну

інтенсивність.

До того ж у різних людей неоднакова чутливість аналізатора нюху. У деякого вона надто висока. Саме вони можуть відчувати запах води тоді, коли звичайна людина його не відчуває.

Враховуючи сказане, для характеристики інтенсивності запахів води ще в 1914 р. у США запропонували шестибальну шкалу: 0 – без запаху, його не виявляє навіть досвідчений одоратор; 1 – дуже слабкий, споживач не виявляє, але відчуває досвідчений одоратор; 2 – слабкий, споживач відчуває тільки тоді, коли привернути його увагу; 3 – помітний, споживач легко виявляє і негативно реагує; 4 – чіткий, вода непридатна для вживання; 5 – дуже сильний, через що вода непридатна для вживання.

З підвищенням температури погіршується розчинність у воді газів. До того ж збільшується леткість розчинених у воді органічних речовин, що призводить до зростання тиску їхньої пари над поверхнею води. Через це у одиниці об'єму повітря міститься більше молекул речовини, а відтак рецептори аналізатора нюху подразнюються більшою мірою. Тобто посилюється запах. Крім того, під впливом високої температури у воді можуть відбуватися хімічні перетворення і з'являтися нові речовини із запахом. Тому запах води оцінюють як за кімнатної температури (20 °С), так і за її підвищення до 60 °С.

Якісною можна вважати лише таку воду, яка, на думку споживачів, не має запаху. Пересічні люди не відчувають запах інтенсивністю 0 і 1 бал за п'ятибальною шкалою. Запах інтенсивністю 2 бали відчувають лише деякі споживачі (до 10% населення), і лише тоді, коли звернути їхню увагу. За підвищення інтенсивності запах стає відчутним для всіх споживачів без будь-якого попередження. Тому зрозуміло, що інтенсивність запаху питної водопровідної води не повинна перевищувати 2 балів. Крім того, слід урахувати, що воду підігрівають для приготування гарячих напоїв та перших страв, а це може призвести до посилення її запаху. Саме тому питна вода повинна мати не вищий за 2 бали запах за температури як 20 °С, так і 60 °С. Це відображено у державному стандарті на питну водопровідну воду.

Смак і присмак – здатність наявних у воді хімічних речовин після взаємодії зі слиною подразнювати смакові сосочки, розташовані на поверхні язика, і зумовлювати відповідне відчуття.

За характером розрізняють солоний, гіркий, кислий і солодкий смаки. Решта – присмаки: лужний, болотний, металічний, нафтопродуктів і т. ін. Але для гігієнічного оцінювання й порівняння якості питної води не досить лише якісної характеристики смаків і присмаків. Зрозуміло, що один і той самий присмак може мати різну інтенсивність. До того ж у різних людей неоднакова чутливість смакового аналізатора. Тому для характеристики інтенсивності смаків і присмаків води було запропоновано п'ятибальну шкалу (аналогічну п'ятибальній шкалі інтенсивності запахів).

Запах, смак і присмак води мають суттєве гігієнічне значення. По-перше, якщо вони неприємні та легко виявляються споживачами, то це обмежує споживання питної води і змушує шукати нові джерела. По-друге, специфічні

запах, смак і присмак свідчать про забруднення води внаслідок потрапляння у водойму (джерело водопостачання) стічних вод промислових підприємств або поверхневого стоку із сільськогосподарських ланів. По-третє, природні запах, смак і присмак свідчать про те, що у воді є певні органічні і неорганічні речовини, що утворилися внаслідок життєдіяльності водних організмів (водоростей, актиноміцетів, грибів тощо) та біохімічних процесів перетворення органічних сполук (гумінових речовин), які потрапили у воду з ґрунту. Ці речовини можуть бути біологічно активними, небайдужими для здоров'я, мати алергенні властивості тощо. І нарешті, запах, смак і присмак є показниками ефективності очищення води на водопровідних станціях.

Якісною можна вважати лише таку воду, яка, на думку споживачів, не має смаку і присмаку. Пересічні люди не відчують смак і присмак інтенсивністю 0 і 1 бал. Смак і присмак інтенсивністю 2 бали відчують лише деякі споживачі (до 10 % населення) і лише за умов попередження, тобто якщо привернути їхню увагу. За підвищення інтенсивності смак і присмак стає відчутним для всіх споживачів без будь-якого попередження. Тому, інтенсивність смаку і присмаку питної водопровідної води не повинна перевищувати 2 бали, що й відображено у державному стандарті на питну водопровідну воду.

Інтенсивність запахів та присмаків питної води вимірюється в балах (таблиця 1.1).

Таблиця 1.1 – Інтенсивність запахів і присмаків питної води за балами

Інтенсивність запаху або присмаку	Ніякого	Дуже слабкий	Слабкий	Помітний	Виразний	Дуже сильний
Бал	0	1	2	3	4	5

Забарвленість – показник, що характеризує інтенсивність забарвлення води, яке зумовлене вмістом забарвлених органічних речовин.

Забарвленість природна властивість води, що залежить від наявності в ній гумінових речовин, які вимиваються у воду з ґрунту під час формування поверхневих та підземних водойм. Гумінові речовини утворюються в ґрунті внаслідок мікробіологічного руйнування сторонніх органічних сполук і синтезу ґрунтовими мікроорганізмами нової органічної речовини, притаманної ґрунту, яка зветься гумусом. Останній має коричневий колір, а тому гумінові речовини надають воді забарвлення від жовтого до коричневого. На кількість цих речовин впливають геологічні умови, водоносні горизонти, характер ґрунту. наявність боліт і торфовищ у басейнах річок і т. ін. Невелика кількість гумінових речовин утворюється безпосередньо в поверхневих водоймах унаслідок мікробіологічного руйнування водних рослин (водоростей). Що більше у воді гумінових речовин, то інтенсивніше забарвлення води й вища її

кольоровість.

Для вимірювання рівня забарвленості води було розроблено хромово-кобальтову шкалу, яка імітує кольоровість природної води. Ця шкала становить собою розчини калію хромату, кобальту сульфату і сульфатної кислоти у воді. Що вища концентрація цих речовин, то інтенсивніше жовто-коричневе забарвлення розчину й більша кольоровість. Забарвленість води вимірюють у градусах шляхом порівняння її інтенсивності із забарвленням розчинів хромово-кобальтової. Раніше це порівняння здійснювали візуально. Візуально вивчають колір, відтінок, інтенсивність забарвлення води. Для цього воду наливають у циліндр з плоским дном. На відстані 4 см від дна розміщують аркуш білого паперу. Через стовпчик води у циліндрі розглядають і оцінюють колір цього аркуша. Воду з циліндра зливають доти, доки колір не сприйматиметься білим, притаманним усьому аркушу. Вимірюють висоту стовпчика, за якого зникає забарвлення. Забарвлення води не повинно виявлятися в стовпчику заввишки 20 см. Інколи, якщо дуже інтенсивне забарвлення, виникає потреба у розведенні води, що досліджується, дистильованою водою.

Нині для визначення забарвленості використовують спектрофотометри та фотоколориметри.

Якісною можна вважати лише таку воду, забарвленість якої не перевищує 20 градусів. Якщо більшість споживачів скаже, що вода жовтувата, то її кольоровість за імітуючою шкалою перевищує 20 градусів. Саме тому в державному стандарті на питну водопровідну воду зазначено, що її кольоровість не повинна перевищувати 20 градусів.

Крім слід пам'ятати й про те, що забарвлення води може бути пов'язане з її забрудненням речовинами органічного і неорганічного походження, зокрема барвниками, які можуть потрапляти у водойми зі стічними водами підприємств легкої промисловості, деякими неорганічними сполуками заліза, марганцю, міді як природного, так і техногенного походження. Так, залізо і марганець можуть спричиняти забарвлення води від червоного до чорного, мідь – від блідо-блакитного до синьо-зеленого. Тобто забруднена стоками промислових підприємств вода може мати неприродний колір.

Вода з високою забарвленістю може бути біологічно активною за рахунок гумінових органічних речовин. Переконливих даних про вплив води з високою забарвленістю на здоров'я людини в літературі немає. Але відомо, що внаслідок дії гумінових кислот на 50–100% підвищується проникність стінки кишечника для катіонів Ca, Mg, Fe, Mn, Zn, сульфат-іону. І нарешті, забарвленість є показником ефективності очищення (знебарвлення) води на очисних спорудах.

Каламутність – природна властивість води, зумовлена вмістом завислих речовин органічного і неорганічного походження (глини, мулу, органічних колоїдів, планктону і т. ін.). Протилежна характеристика води прозорість, тобто здатність її пропускати світлові промені. Що більше у воді завислих речовин, то вища її каламутність, тобто менша прозорість.

Для кількісного оцінювання прозорості води було запропоновано метод Снеллена. Воду наливають у циліндр з плоским дном. На відстані 4 см від дна

розміщують стандартний шрифт. Висота букв становить 4 мм, а товщина – 0,5 мм. Воду з циліндра зливають доти, доки через її стовпчик можна буде прочитати літери. Висота цього стовпчика (у сантиметрах) і характеризує прозорість води. Прозора, на погляд споживачів, вода у разі вимірювання за методом Снеллена має прозорість, не меншу за 30 см.

Для вимірювання рівня каламутності води було запропоновано імітуючу каолінову шкалу. Це набір суспензій білої глини (каоліну) у дистильованій воді. Вміст каоліну в суспензіях коливається від 0,1 до 0,5 мг/дм³.

Каламутність води вимірюють у міліграмах на дм³ шляхом порівняння її оптичної щільності зі щільністю стандартних розчинів каоліну. Раніше це порівняння здійснювали візуально. Нині використовують нефелометри, спектрофотометри та фотоколориметри.

Якщо воду, яку споживачі оцінили як прозору, оцінити за імітуючою каоліновою шкалою, то виявиться, що її каламутність не більша за 1,5 мг/дм³. Коли ж переважна кількість споживачів вважають, що вода непрозора, то її каламутність перевищує 1,5 мг/дм³. Саме тому в державному стандарті на питну водопровідну воду зазначено, що її каламутність не повинна перевищувати 1,5 мг/дм³.

Каламутність тісно пов'язана з іншими властивостями води, насамперед з кольоровістю, запахом та присмаком. Так, гумінові речовини, які зумовлюють кольоровість води, роблять її каламутною (за рахунок колоїдної фракції), надають природного запаху і присмаку. Червонуватий колір свідчить про наявність у воді заліза гідроксиду (III). Така вода каламутна, зі специфічним в'язким присмаком.

Каламутність впливає на мікробіологічні показники якості води. Більшість мікроорганізмів сорбуються на поверхні або містяться в середині завислих частинок, органічні і неорганічні речовини яких захищають бактерії і віруси. Дані літератури свідчать, що знезаражування каламутної води хлором протягом 30 хв навіть за залишкового вільного активного хлору на рівні 0,3–0,5 мг/дм³ неефективне стосовно кишкових бактерій і вірусів (наприклад, збудників гепатиту А). У той же час прояснення і знебарвлення води на очисних спорудах спрямовані на видалення завислих частинок та гумінових речовин, сприяють видаленню 90% бактерій.

Встановлено, що хлорована каламутна вода може бути небезпечною для здоров'я внаслідок утворення хлорорганічних сполук – токсичних і навіть канцерогенних. Це хлорфеноли, хлорціани, тригалоїдметани, хлоровані поліциклічні ароматичні вуглеводні, поліхлоровані біфеніли.

Каламутна, непрозора вода зумовлює у людини відчуття відрази. Це обмежує її споживання і змушує шукати нові джерела водопостачання, вода в яких може виявитися небезпечною в епідеміологічному плані й містити шкідливі речовини. Каламутність води свідчить про її забруднення органічними і неорганічними речовинами, які можуть бути шкідливими для здоров'я людини або утворювати шкідливі речовини під час реагентного оброблення води (наприклад, хлорування). Каламутність є показником ефективності прояснення

води на водоочисних спорудах. І нарешті, каламутність є одним із чинників, що впливають на ефективність знезаражування води, тобто на ефективність очищення її від патогенних бактерій і особливо ентеровірусів.

1.3 Експериментальна частина

1.3.1 Визначення запаху та присмаку питної води

Відберіть у стакан 100 см³ водопровідної води та визначте її смак за таблицею 3.1 при 20°C. Підігрійте відібрану пробу до 60°C та визначте за таблицею 3.1 запах питної води.

Результати досліджень заносять до таблиці 1.2.

Таблиця 1.2 – Результати досліджень проби питної води

Інтенсивність присмаку проби питної води	
Бал присмаку проби питної води	
Інтенсивність запаху проби питної води	
Бал запаху проби питної води	

1.3.2 Визначення кольоровості питної води

Метод вимірювання кольоровості засновано на порівнянні кольоровості проб води з кольоровістю імітаційних розчинів кольоровості. Імітаційні розчини кольоровості являють собою розчини суміші калію хромату, кобальту сульфату і сульфатної кислоти і відповідають стандартним розчинам кольоровості, за які прийнято розчини суміші калію гексахлорплатинату (IV) та кобальту хлориду.

Фотометричним методом вимірюють оптичну густину проби води (попередньо розбавленої проби води) при довжинах хвиль 364 та 400 нм. За градууювальною характеристикою: різниця оптичних густин – кольоровість встановлюють значення кольоровості проби води (попередньо розбавленої проби води).

При підготовці до виконання вимірювань кольоровості виконують:

- підготовку до роботи фотоелектроколориметра;
- приготування розчинів;
- приготування градуювальних розчинів;
- побудову градуювальної характеристики;
- відбір проб;
- пробопідготовку.

Підготовку фотоелектроколориметра до вимірювань проводять згідно вимог до експлуатаційної документації на прилад.

Приготування імітаційного розчину для побудови градуювальної характеристики: наважку калію хромату масою ($0,0875 \pm 0,0008$) г та наважку кобальту сульфату гептагідрату масою ($2,000 \pm 0,001$) г переносять кількісно в мірну колбу місткістю 1000 см³ і розчиняють у воді дистильованій. Додають піпеткою 1 см³ кислоти сульфатної концентрованої ($d=1,83$ г/см³), перемішують

і доводять об'єм до позначки водою дистильованою.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закоркованій склянці в умовах лабораторії протягом шести місяців.

Приготування градуювальних розчинів

В мірну колбу місткістю 100 см³ піпеткою відміряють необхідний об'єм імітаційного розчину і доводять об'єм до позначки і доводять об'єм до позначки розчином кислоти сірчаної. У такий спосіб готують всі градуювальні розчини, після чого вимірюють їх оптичну густина.

Холосту пробу готують зі 100 см³ розчину кислоти сірчаної.

Відомості про необхідні піпетки, об'єми імітаційного розчину для приготування розчинів для побудови градуювальної характеристики, відповідні значення кольоровості у цих розчинах та відносні похибки їх приготування наведено у таблиці 1.3.

Таблиця 1.3 – Відомості про розчини для побудови градуювальної характеристики

№ розчину для побудови градуювальної характеристики	Номинальна місткість піпетки, см ³	Об'єм імітаційного розчину, см ³	Кольоровість у розчині для побудови градуювальної характеристики, °
1	1	1	5
2	2	2	10
3	5	3	15
4	5	4	20
5	5	5	25
6	10	6	30
7	10	8	40
8	10	10	50
9	25	12	60
10	25	14	70
11	25	16	80

Для кожного рівня кольоровості готують серію щонайменше з трьох градуювальних розчинів.

Побудова градуювальної характеристики

Вимірюють оптичну густина розчинів (розчин порівняння – вода дистильована) за допомогою фотоелектроколориметра. Вимірювання виконують при довжинах хвиль 364 та 400 нм. Використовують кювети з оптичною довжиною шляху 50 мм. Вираховують різницю оптичних густин.

Відбір проб

Відбір проб поверхневих вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05. Проби відбирають у поліетиленові ємності. Об'єм проби води для вимірювання кольоровості повинен бути не менше 200 см³.

Проби для визначення кольоровості аналізують не пізніше ніж через 2–3

години після відбору.

Пробопідготовка

Каламутні води фільтрують через паперовий фільтр “синя” стрічка, відкидаючи першу порцію фільтрату об’ємом 10 см³.

Якщо кольоровість проби більша ніж 80°, пробу розбавляють, але не більше ніж в два рази. При розбавленні проби зберігають рН.

Для запобігання похибки за рахунок кюветної різниці вимірювання проводять з використанням однієї пари кювет, причому одну з них використовують тільки для вимірювань холостої проби, іншу – тільки для вимірювань градуовальних розчинів та проб води

Результати вимірювання оптичних густин та різниці оптичних густин записують до третьої значущої цифри.

1.3.3 Обробка результатів

Значення кольоровості у вихідній пробі, C° , знаходять за формулою:

$$C = C_{гр} \cdot k, \quad (1.1)$$

де $C_{гр}$ – значення кольоровості, знайдене за градуовальною характеристикою, °;

k – ступінь попереднього розбавлення вихідної проби ($k = 1$, якщо попереднє розбавлення вихідної проби не проводили).

Результат обчислень заокруглюють і записують до другої значущої цифри.

1.3.4 Визначення дози коагулянту

Матеріали та реактиви: 8 мірних скляних циліндрів місткістю 0,5 дм³; скляна паличка для перемішування води; дві мірні піпетки по 50 см³; 1%-ний розчин глинозему (Al₂(SO₄)₃); 0,1%-ий водний розчин гідроксиду кальцію Ca(OH)₂ (вапна).

Хід роботи:

У 8 мірних скляних циліндрів налити по 0,5 л води, яку слід дослідити. В кожний циліндр (по черзі) додати мірною піпеткою розчин коагулянту у кількості (таблиця 1.4). Скляною паличкою акуратно перемішати 10 круговими рухами воду. Залишити циліндри на 30 хв у спокійному стані і спостерігати за процесом утворення пластівців (час, вид пластівців – рихлі, великі, малі), заносючи дані у таблицю 1.5.

Таблиця 1.4 – Об’єм розчину коагулянту

Показники	№ циліндрів						
	2	3	4	5	6	7	8
Об’єм розчину коагулянту, який додається у циліндр, мл	1	2,5	5	7,5	10	12,5	15
Відповідна цьому об’єму доза коагулянту у циліндрі, мг/дм ³	20	50	100	150	200	250	300

Таблиця 1.5 – Результати спостережень

Час з початку дослідів, хв.	№ циліндрів							
	1	2	3	4	5	6	7	8
2								
5								
7								
10								
12								
15								
20								
25								
30								
35								

Умовні позначення: П – початок помутніння, МП – поява дрібних пластівців, ледь видних у воді, ВП – поява великих пластівців, ПР – початок прояснення води, З – закінчення процесу коагулювання.

Оптимальною дозою коагулянту буде та, при якій візуально спостерігається найбільш швидке утворення великих пластівців, які швидко осаджуються.

1.4 Висновок

Контрольні питання

1. Назвіть органолептичні показники якості води.
2. Як визначають кольоровість води?
3. В яких одиницях вимірюються кольоровість води?
4. Методика оцінки каламутності води.
5. Охарактеризуйте процес коагуляції
6. Які коагулянти застосовують при проясненні води?

Лабораторна робота № 2

Визначення масової концентрації сульфатів у воді

2.1 Мета: засвоїти методики виконання вимірювань масової концентрації сульфатів у воді

2.2 Короткі теоретичні відомості.

Сульфати – один із компонентів сольового складу, що міститься в усіх поверхневих водах. Головними джерелами надходження сульфатів у воду є розчинення сірковмісних мінералів (в основному гіпсу), окиснення сульфідів і сірки, а також скидання шахтних і промислових стічних вод. Вміст сульфатів у поверхневих водах суходолу коливається від 5–10 до 60–80 мг $\text{SO}_4^{2-}/\text{дм}^3$ і зазвичай корелює із загальною мінералізацією води. Вміст сульфатів у природних водах визначають гравіметричним, титриметричними та турбідиметричним методами. Гравіметричний метод є найточнішим, але довготривалий і трудомісткий, тому його застосовують тільки для арбітражних аналізів. Зручними і досить точними є титриметричні методи. Найбільш чутливий і швидкий, але менш точний – турбідиметричний метод. Вміст сульфатів можна визначити також методом іонної хроматографії.

Хлориди і сульфати поширені у природі у формі солей натрію, калію, кальцію, магнію та інших металів. Вони складають більшу частину сухого залишку прісних вод. Наявність хлоридів і сульфатів у воді водойми може бути зумовлена природними процесами вимивання з ґрунту, а також забрудненням водойми різноманітними стічними водами. Природний вміст хлоридів і сульфатів у воді поверхневих водойм незначний і здебільшого коливається в межах кількох десятків міліграмів на літр. Сульфати, так само як хлориди, впливають на органолептичні ознаки води. Вони надають їй гіркого смаку. Порогові концентрації за впливом на смак води становлять для натрію, кальцію та магнію сульфату відповідно 500, 900 і 600 мг/дм³. Гіркий смак стає відчутним для більшості споживачів, якщо вміст сульфатів у воді перевищує 500 мг/дм³. Крім того, сульфати в дозі 1–2 г чинять послаблювальну дію. Так само діє вода, якщо містить 700 мг/дм³ магнію сульфату. Однак із часом організм людини адаптується до таких і навіть більших концентрацій сульфатів у воді.

Діапазон вимірювань масових концентрацій сульфатів у поверхневих і очищених стічних водах гравіметричним методом складає:

- у поверхневих водах від 15 до 2000 мг/дм³ включно;
- в очищених стічних водах від 50 до 5000 мг/дм³ включно.

Визначенню сульфатів заважають завислі речовини, гумусові речовини, силікати при їх присутності в об'ємі проби, що взятий для осадження, більше 2,5 мг (7,5 мг/дм³ у розчині для осадження), залізо в кількості більше 20 мг (100 мг/дм³ у розчині для осадження), кальцій в кількості більше 100 мг (500 мг/дм³ у розчині для осадження), фосфати та хромати в кількості більше 10 мг (50 мг/дм³ у розчині для осадження). Одночасно з сульфатами визначаються сульфіти.

2.3 Експериментальна частина

2.3.1 Визначення масової концентрації сульфатів гравіметричним методом

Метод вимірювання масової концентрації сульфатів базується на утворенні малорозчинного осаду Барію сульфату при додаванні розчину Барію хлориду до проби, що аналізується. Осад Барію сульфату відділяють фільтруванням, промивають, висушують та прожарюють при 800°C до постійної маси.

Гравіметричним методом вимірюють масу осаду Барію сульфату. Розрахунковим методом встановлюють масову концентрацію сульфатів.

Приготування розчинів

Приготування розчину Барію хлориду з масовою концентрацією 100 г/дм^3 . Наважку Барій хлориду 2-х водного масою (100 ± 1) г розчиняють у термостійкому стакані у 800 см^3 води бідистильованої, підігрітої до 40°C для полегшення розчинення. Після охолодження розчин кількісно переносять у мірний циліндр місткістю 1000 см^3 , об'єм розчину доводять до позначки водою бідистильованою. При появі муті розчин фільтрують через фільтр «синя стрічка».

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закоркованій склянці в умовах лабораторії протягом одного року.

Приготування розчину кислоти хлоридної (1:1). У мірний циліндр вливають 500 см^3 кислоти хлоридної концентрованої ($d = 1,18\text{ г/см}^3$) і обережно додають 500 см^3 води бідистильованої. Розчин переносять у скляну або поліетиленову посудину, перемішують.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закоркованій склянці в умовах лабораторії протягом одного року.

Приготування розчину натрію гідроксиду з масовою часткою 10 %. Наважку натрію гідроксиду масою $(10,0\pm 0,1)$ г вміщують у термостійкий стакан, мірним циліндром додають 100 см^3 води бідистильованої, розчиняють при перемішуванні.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закоркованій поліетиленовій ємності в умовах лабораторії протягом одного місяця.

Приготування розчину аргентум нітрату з масовою часткою 1,7 % для проведення якісної реакції на йон хлору. Наважку аргентум нітрату масою $(1,7\pm 0,1)$ г вміщують у конічну колбу, мірним циліндром додають 100 см^3 води бідистильованої, розчиняють при перемішуванні.

Розчин придатний до застосування при зберіганні у закоркованій склянці з темного скла в умовах лабораторії протягом одного року.

Відбір та консервування проб

Відбір проб поверхневих вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05-85, очищених стічних вод – згідно з КНД 211.1.0.009. Проби відбирають у склянці або поліетиленові ємності. Об'єм проби води для визначення масової концентрації сульфатів має бути не менше ніж 2 дм^3 .

Проби не консервують. Їх допустимо зберігати при кімнатній температурі.

Якщо у воді, яку аналізують, присутні нестійкі сполуки сірки, їх видаляють кип'ятінням, або виконують аналіз зразу після відбору проб.

Вибір об'єму аліквоти для осадження

Аліквота проби, що використовується для осадження, має містити не більше 50 мг сульфатів. Об'єм аліквоти вибирають у залежності від концентрації сульфатів, яку попередньо визначають якісно.

Для цього мірним циліндром відміряють 5 см³ проби води, додають 5 крапель кислоти хлоридної (1:1) і піпеткою 0,5 см³ розчину барію хлориду з масовою концентрацією 100 г/дм³. Характер муті або осаду орієнтовно свідчить про рівень концентрації сульфатів у пробі. Орієнтовна концентрація сульфатів у залежності від характеру муті або осаду та рекомендовані об'єми аліквоти проби для осадження наведені в таблиці 2.1.

Таблиця 2.1 – Орієнтовний вміст сульфатів у залежності від характеру муті або осаду та рекомендовані об'єми аліквоти для осадження

Характер муті та осаду	Масова концентрація сульфатів, мг/дм ³	Об'єм проби для аналізу, см ³
Слабка муть, з'являється через 2 хв	15–25	1000–500
Слабка муть, з'являється зразу	25–100	500–200
Сильна муть, швидко осідає	200–5000	100–10

Якщо при проведенні якісної реакції осад барію сульфату швидко осідає, воду розводять щонайменше в 5 разів і проводять ще раз якісну реакцію для уточнення вмісту сульфатів.

На підставі результатів цієї реакції розраховують необхідний для осадження об'єм сульфату барію так, щоб у ньому було не більше 50 мг і не менше 15 мг сульфату.

Пробопідготовка

Воду, відібрану для аналізу, фільтрують через фільтр “синя стрічка”. Проби поверхневих вод для видалення гумусових речовин пропускають через колонку, заповнену активованим вугіллям зі швидкістю 2 см³/хв, з фільтрату відбирають аліквоту для осадження.

Фільтрат перевіряють на наявність силікатної кислоти за допомогою якісної реакції з розчином амонію молібденовокислого з масовою часткою 5 %. Для цього мірним циліндром відміряють 5 см³ проби води або фільтрату, додають 5 крапель кислоти хлоридної і піпеткою 3 см³ розчину амонію молібденовокислого. Поява жовтого забарвлення свідчить, що у пробі присутній силіцій у концентрації більшій ніж 7,5 мг/дм³.

Наявність Феруму у фільтраті у концентрації, що заважає вимірюванню, виявляють за реакцією з роданід-іоном. Для цього мірним циліндром відміряють 10 см³ проби води, додають 2 краплі концентрованої нітратної кислоти, 2 краплі гідроген пероксиду концентрованого та піпеткою 0,5 см³ 5 % розчину калію роданіду.

Поява рожевого забарвлення свідчить, що у пробі присутній Ферум у

концентрації не більший ніж 2 мг/дм^3 .

Поява оранжевого забарвлення свідчить, що у пробі присутній Ферум у концентрації від 2 мг/дм^3 до 10 мг/дм^3 .

Поява червоного забарвлення свідчить, що у пробі присутнє залізо у концентрації вище 10 мг/дм^3 . У цьому разі для більш точного встановлення концентрації заліза якісну реакцію повторюють, попередньо розбавивши воду у фіксоване число разів так, щоб отримати розчин рожевого або оранжевого кольору. Оцінку концентрації заліза проводять із урахуванням ступеню розведення.

При наявності тільки Феруму, у концентрації, що перевищує 20 мг в аліквоті, відібраній для осадження, до аліквоти додають 1 см^3 розчину кислоти нітратної (1:1), кип'ятять 10 хвилин на слабкому вогні. Після цього додають розчин аміаку (1:1) до лужної реакції і суміш нагрівають на водяній бані 30 хвилин. Осаджені гідроксиди відфільтровують через фільтр "біла стрічка" і промивають гарячою бідистильованою водою.

Фільтрати використовують для осадження сульфатів.

Виконання вимірювань

Аліквоту, відібрану з фільтрату, і оброблену, за необхідності, переносять у термостійкий стакан і доводять об'єм розчину до 200 см^3 , випарюючи його на водяній бані або додаючи у розчин бідистильовану воду. Розчин нейтралізують за метилоранжем розчином кислоти хлоридної або 10% розчином натрію гідроксиду, після чого піпеткою додають 2 см^3 кислоти хлоридної для доведення рН розчину до 2–3 одиниць рН.

Розчин нагрівають до 90°C , краплями з піпетки приливають 5 см^3 розчину барій хлориду, безперервно перемішуючи розчин скляною паличкою (повільне осадження з гарячого розбавленого підкисленого розчину приводить до утворення кристалів більшого розміру і зменшує співосадження супутних іонів).

Суміші дають відстоятися до появи над осадом прозорого шару, потім по стінці стакану додають 5 крапель розчину барій хлориду. Поява муті свідчить про неповне осадження барію сульфату. У цьому випадку піпеткою додають ще 1 см^3 розчину барій хлориду до створення його надлишку, що приводить до зниження розчинності осаду барію сульфату і сприяє повноті осадження сульфатів.

Протягом 1 хвилини суміш перемішують паличкою, не торкаючись стінок стакану, протягом 2 годин нагрівають на водяній або пісочній бані при $90\text{--}95^\circ\text{C}$, баню вимикають і залишають на ній стакан на 8–10 годин для визрівання осаду. Осад спочатку промивають декантацією, фільтруючи промивну рідину через фільтр «синя стрічка», кількісно переносять осад на цей фільтр, змиваючи залишки осаду зі стінок стакану водою та клаптиком фільтра "синя стрічка", який додають до осаду на фільтрі. Осад на фільтрі промивають невеликими порціями води бідистильованої з температурою $25\text{--}40^\circ\text{C}$, кожний раз обов'язково змивають верхній край фільтра і очікують повного звільнення фільтра від попередньої порції. Промивку ведуть до відсутності у промивній

воді хлорид-іонів за якісною реакцією з розчином аргентум нітрату (наявність хлорид-йону у фільтраті перевіряють вже через 3–4 промивки). Відсутність муті через 2 хвилини свідчить про відмивання осаду від хлориду.

Фільтр з осадом обережно складають так, щоб осад залишався в нижній частині фільтра, вміщують у попередньо доведений до постійної маси тигель і висушують при слабкому нагріванні. Повільно підвищують температуру, обуглюють фільтр без спалахування паперу і при достатньому доступі повітря (за умов нестачі кисню можливе утворення СО, який відновлює барій сульфат). Після обуглювання фільтра тигель прожарюють при 750–800°C (при вищій температурі можлива часткова термічна дисоціація барію сірчаноокислого). Прожарювання ведуть не менше однієї години до тих пір, поки попіл не зробиться білим. Тигель охолоджують в екзикаторі над кальцієм хлористим і зважують. Прожарювання повторюють протягом 20 хвилин, тигель охолоджують в екзикаторі над кальцієм хлористим і знову зважують.

Результати зважування записують до четвертої значущої цифри.

Прожарювання вважають закінченим, коли різниця між двома повторними зважуваннями складає не більше 0,0008 г.

Виконують два паралельних вимірювання з двох однакових аліквот.

Розрахунки

Результат одиничного вимірювання масової концентрації сульфатів, ρ_i , мг/дм³, знаходять за формулою:

$$C = 0,4115 \times m \times 1000 / V$$

де 0,4115 – коефіцієнт для перерахунку з барію сірчаноокислого на сульфати;

m – маса осаду барію сірчаноокислого, мг; 1000 – коефіцієнт перерахунку в мг/дм³;

V – об'єм вихідної проби, взятий для осадження сульфатів, см³;

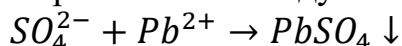
Результати обчислень за формулою заокруглюють і записують до третьої значущої цифри.

Результат вимірювань масової концентрації сульфатів розраховують як середнє арифметичне результатів двох паралельних одиничних вимірювань.

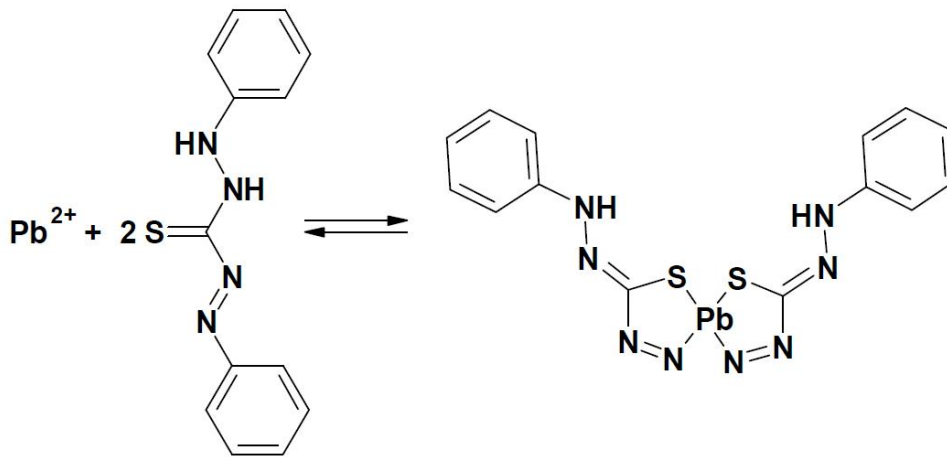
2.3.2 Визначення масової концентрації сульфатів титриметричним методом

Принцип методу.

Титриметричне визначення сульфат-іонів ґрунтується на їх взаємодії з іонами Pb^{2+} з утворенням малорозчинного осаду $PbSO_4$ ($DP = 1,6 \cdot 10^{-8}$):



Надлишок іонів свинцю після повного осадження $PbSO_4$ у процесі титрування встановлюють за допомогою індикатору дитизону, який у точці еквівалентності змінює свій синьо-зелений колір на червоно-фіолетовий внаслідок утворення забарвленого дитизонату свинцю:



Розчинність сульфату свинцю у воді досить значна і дорівнює $1,26 \cdot 10^{-4}$ М або $12,1$ мг $\text{SO}_4^{2-}/\text{дм}^3$. Для зменшення розчинності титрування виконують у водно-спиртовому або водно-ацетоновому середовищі. Мінімальна визначувана концентрація дорівнює 10 мг $\text{SO}_4^{2-}/\text{дм}^3$ за об'єму проби 100 см³.

Визначенню заважають зависі, колоїди, забарвлені речовини та катіони металів, які утворюють з дитизоном забарвлені комплексні сполуки.

Зависі і колоїди видаляють фільтруванням крізь мембранний фільтр або центрифугуванням проби води, забарвлені гумусові речовини пропусканням проби крізь колонку, наповнену активованим вугіллям; Катіони металів, які заважають аналізу, видаляють збовтуванням $50\text{--}100$ см³ проби води з $5\text{--}6$ г катіоніту КУ-2 в H^+ -формі впродовж $5\text{--}10$ хв.

Методика визначення. Пробу води об'ємом $50\text{--}100$ см³ вносять у конічну колбу місткістю $200\text{--}250$ см³, додають $5\text{--}6$ г катіоніту КУ-2 в H^+ -формі і збовтують $6\text{--}8$ разів упродовж $5\text{--}10$ хв. Після осідання смоли відбирають піпеткою $10\text{--}50$ см³ розчину в конічну колбу місткістю 100 см³ з позначкою на рівні 10 см³. Якщо об'єм відібраної проби більший за 10 см³, то її випарюють на електроплитці до 10 см³. Якщо вміст сульфат-іонів у воді перевищує 300 мг/дм³, після іонообмінного видалення катіонів, які заважають аналізу, пробу розбавляють дистильованою водою до певного об'єму і враховують це при розрахунках. До 10 см³ проби додають 30 см³ етанолу або ацетону і таку кількість дитизону, щоб розчин забарвився у синьо-зелений колір, і титрують розчином $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ до зміни забарвлення на червоно-фіолетове, яке не зникає при стоянні. В разі появи синюватого відтінку продовжують додавати по одній краплі розчин нітрату свинцю за інтенсивного перемішування до повного зникнення синюватого відтінку.

Концентрацію сульфат-іонів C_x (мг/дм³) або C_y (ммоль-екв/дм³) обчислюють за рівняннями

$$C_x = \frac{CV_1 \times 49,03 \times 1000}{V}$$

$$C_y = \frac{CV_1 \times 1000}{V}$$

де C – концентрація розчину нітрату свинцю, витраченого на титрування, моль-екв/дм³; V_1 – об'єм розчину нітрату свинцю, витрачений на титрування,

см³; V – об'єм проби води, взятий для титрування після контакту з катіонітом, см³; 48,03 – молярна маса еквівалента сульфат-іонів ($M \cdot \frac{1}{2} SO_4^{2-}$).

Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви

Розчин нітрату свинцю, 0,02 моль-екв/дм³: 3,31 ± 0,01 г Pb(NO₃)₂, х.ч., розчиняють у бідистильованій воді й доводять об'єм розчину до 1 дм³ у мірній колбі. Точну концентрацію розчину визначають титруванням стандартним розчином K₂SO₄.

Розчин сульфату калію, 0,02 моль-екв/дм³: 0,436 ± 0,001 г препарату K₂SO₄, х.ч., висушеного при 110°C до сталої маси, розчиняють у бідистильованій воді й доводять об'єм розчину до 250 см³ у мірній колбі.

Дитизон: 0,1 г дитизону C₁₃H₁₂N₄S, х.ч., розтирають у фарфоровій ступці з 5 г бензойної кислоти C₇H₆O₂.

Етиловий спирт C₂H₅OH або ацетон C₃H₆O.

Розчин соляної кислоти, 4 моль-екв/дм³: концентровану HCl (х.ч., d = 1,19 г/см³) розбавляють бідистильованою водою відповідно у співвідношеннях 1: 3 та 1: 12.

Розчин їдкого натру, 1 моль-екв/дм³: 40 г NaOH, х.ч., розчиняють у бідистильованій воді й доводять об'єм розчину до 1 дм³ у мірній колбі.

Катіоніт КУ-2.

Підготовка катіоніту до роботи та його регенерація. Свіжу, не використовувану раніше смолу КУ-2 заливають дистильованою водою і залишають на ніч. Потім воду зливають і на 1 добу заливають смолу розчином соляної кислоти (4 моль-екв/дм³). Якщо розчин забарвлюється, його зливають, промивають смолу 2–3 рази дистильованою водою і знову заливають її таким самим розчином соляної кислоти. Цю процедуру повторюють доти, доки жовтий колір розчину, що знаходиться над смолою, не зникне повністю. Потім проводять 10–12 циклів обробки смоли: 80–100 г смоли вміщують у лійку зі скляним фільтром (№ 1 або № 2) і послідовно заливають 100 см³ 1 моль-екв/дм³ NaOH, 100 см³ дистильованої води, 100 см³ 1 моль-екв/дм³ HCl і знову воду, щоразу відсмоктуючи залишок рідини водоструминною або механічною помпою.

Після останньої обробки катіоніту розчином соляної кислоти його відмивають бідистильованою водою до рН~7 (контроль індикаторним папірцем) і зберігають під шаром бідистильованої води.

Катіоніт після роботи щоразу збирають в одну колбу й обробляють розчином HCl (4 моль-екв/дм³) упродовж 8–10 хв. Розчин HCl зливають, а катіоніт промивають декантацією бідистильованою водою до рН~7.

Визначення концентрації розчину нітрату свинцю. До 10,0 см³ стандартного розчину K₂SO₄ додають 30 см³ етилового спирту або ацетону, індикатор дитизон і титрують розчином Pb(NO₃)₂, як описано в методиці визначення.

Концентрацію Pb(NO₃)₂ C_x (моль-екв/дм³) обчислюють за рівнянням:

$$C_x = \frac{V_1 \times C}{V} = \frac{10 \times 0,02}{V} = \frac{0,2}{V}$$

де V_1 – об'єм стандартного розчину K_2SO_4 , cm^3 ;

C – концентрація стандартного розчину K_2SO_4 , взятого для аналізу моль-екв/ dm^3 ;

V – об'єм розчину $Pb(NO_3)_2$, витрачений на титрування, cm^3 .

2.3.3 Турбідиметричне визначення сульфат-іонів у стічних водах

Методика встановлює алгоритм кількісного визначення сульфат-іонів у неопалесцентних, незабарвлених або слабозабарвлених стічних водах, у яких вміст феруму не перевищує 5 мг/ dm^3 .

Вміст сульфат - іонів визначають у діапазоні 10–1000 мг/ dm^3 .

Метод заснований на вимірі світлопоглинання суспензії барію сульфату, стабілізованою сумішшю етиленгліколю з етанолом (1:1). Лінійна залежність між концентрацією сульфатів та оптичною густиною спостерігається в діапазоні вмісту сульфатів 0,08–0,22 мг/ dm^3 .

Найбільший заважаючий вплив дає присутність феруму (III), що призводить до завищення результатів визначення сульфат-іонів.

Реактиви:

Гліколієвий реагент (стабілізатор суспензії) – 5 г барія хлорида розчиняють в 100 cm^3 води дистильованої, розчин фільтрують через фільтр «синя стрічка». Далі змішують 10 cm^3 приготованого розчину з 30 cm^3 етиленгліколю та 30 cm^3 етанолу 96%, перемішують. Значення рН розчину регулюють хлоридною кислотою (1:1) до значень 2,5–2,8. Приготований розчин витримують 1–2 доби. Розчин придатний протягом 3–4 місяців. Приготовлений розчин витримують 1–2 дні.

Хлоридна кислота (1:1).

Хід визначення:

Відбираємо 20 cm^3 фільтрованої проби в колбу на 50 cm^3 , доводимо дистильованою водою до мітки. Відбираємо 10 cm^3 отриманого розчину в колбу на 25 cm^3 . Додаємо три краплі соляної кислоти 1:1 (HCl) та 10 cm^3 гліколієвого реагенту.

Доводимо дистильованою водою до мітки і перемішуємо.

Вимірюємо оптичну густина на спектрофотометрі чи фотоколориметрі через 30 хвилин (довжина хвилі – 364 нм, кювета – 5 см).

Побудова градуувального графіку:

Всі розчини, які необхідні для побудови калібрувального графіка, повинні бути щойно приготовленими та з придатним терміном дії.

Для побудови калібрувального графіка готуємо серію з 8 розчинів. Для цього нам необхідні колби об'ємом 50 cm^3 . В кожену колбу вносимо послідовно 0; 0,8; 1,0; 1,2; 1,4; 1,6; 1,8; 2,0 cm^3 щойно приготовленого розчину стандартного розчину, концентрацією (1,0 мг/ cm^3 , в 1 cm^3 міститься 0,5 мг сульфат-іона). Отримані розчини мають концентрації: 0; 0,4; 0,5; 0,6; 0,7; 0,8; 0,9; 1,0 мг або 0; 8; 10; 12; 14; 16; 18; 20 мг/ dm^3), доводимо до позначки дистильованою водою та

ретельно перемішуємо.

З кожної проби отбирають по 10 см³ у мірні колби місткістю 25 см³, у кожену колбу додають по 3 краплини хлоридної кислоти 1:1 та по 10 см³ гліколієвого реагенту. Доводять до позначки дистильованою водою та перемішуємо. Через 30 хв. визначають оптичну густину (довжина хвилі – 364 нм, кювета – 5 см).

За градувальним графіком визначають концентрацію сульфат-іонів у досліджуваній воді.

Масову концентрацію SO₄²⁻ (С) в мг/дм³ у воді обчислюють за формулою:

$$C = m / V,$$

де: m – масова концентрація сульфатів, знайдена за допомогою градувального графіку, мг/дм³;

V – об'єм води, взятої на аналіз, см³.

2.4 Висновки

Контрольні питання

1. Чим зумовлена наявність сульфатів у природних водах?
2. Які нормативні показники вмісту сульфатів у водах різного походження?
3. Які аналітичні методи застосовуються для визначення сульфат-іонів?
4. На чому ґрунтується титриметричне визначення сульфатів із сіллю плюмбуму?
5. Які фактори мають заважаючий вплив на процес аналізу? Їх усунення.
6. Порядок відбору проби води для аналізу.
7. Охарактеризуйте методику турбідиметричного визначення сульфатів.

Лабораторна робота № 3 **Вимірювання масової концентрації** **хлоридів у поверхневих та підземних водах титриметричним методом**

3.1 Мета: засвоїти методику виконання вимірювань масової концентрації хлоридів у поверхневих та підземних водах титриметричним методом.

3.2 Короткі теоретичні відомості.

Хлориди поширені у природі у формі солей натрію, калію, кальцію, магнію та інших металів. Вони складають більшу частину сухого залишку прісних вод. Наявність хлоридів у воді водойми може бути зумовлена природними процесами вимивання з ґрунту, а також забрудненням водойми різноманітними стічними водами. Природний вміст хлоридів у воді поверхневих водойм незначний і здебільшого коливається в межах кількох десятків міліграмів на літр.

Природний вміст хлоридів у воді залежно від умов формування водойми може бути різним: від десятків до сотень (в умовах солончакових ґрунтів) міліграмів на літр. У проточних водоймах вміст хлоридів звичайно невеликий – до 20–30 мг/дм³. Незабруднені криничні води в місцевостях із несолончаковим ґрунтом містять до 30–50 мг/дм³ хлоридів. Вода, що фільтрується через солончаковий ґрунт або осадові породи може містити сотні й навіть тисячі міліграмів хлоридів в 1 л, будучи бездоганною щодо інших параметрів.

Хлорид-йон – найпоширеніший в організмі людини аніон, який відіграє важливу роль у забезпеченні осмотичного тиску міжклітинної рідини і крові та підтриманні водно-електролітного балансу. Щодобово в організм людини разом з продуктами харчування в умовах підсолювання їжі надходить від 6 до 12 г хлоридів, більшість з яких виводиться переважно (85–90%) нирками. Середнє добове надходження хлоридів з питною водою становить приблизно 100 мг, що значно менше, ніж кількість хлоридів, які використовують для підсолювання їжі. Тому зрозуміло, що хлориди води суттєво не впливають на фізіологічні та біохімічні процеси в організмі людини. Доведено лише, що вода, котра містить багато хлоридів, несприятливо позначається на шлунковій секреції.

У той же час хлориди здатні надавати воді солоного смаку, тобто погіршувати її органолептичні властивості. Тому вони й належать до хіміко-органолептичних показників якості води. Доведено, що пороги відчуття смаку для натрію, калію та кальцію хлоридів становлять відповідно 210, 310 і 222 мг/дм³. Споживачі відчувають солоний смак води, якщо вміст хлоридів у ній більший за 350 мг/дм³.

У поверхневих водах суходолу хлориди містяться у вигляді добре розчинних сполук, тому вони мають високу міграційну здатність. Концентрація хлорид-іонів у воді річок та озер коливається від десятої частки міліграма до десятків і сотень міліграмів на 1 дм³. Вона змінюється за сезонами відповідно до зміни загальної мінералізації води. Значне надходження хлоридів геологічного походження – це рідкісне явище, тому збільшення їх концентрації є ознакою

забруднення води побутовими і промисловими стічними водами. Для визначення вмісту хлоридів у поверхневих водах найчастіше використовують титриметричні аргентометричний чи меркуриметричний методи. Вміст хлоридів можна визначити також методом іонної хроматографії.

Метод вимірювань масової концентрації хлоридів базується на осадженні хлорид-йонів розчином аргентум нітрату у вигляді малорозчинного аргентум хлориду. Добуток розчинності аргентум хлориду при температурі 25 °С складає $1,56 \cdot 10^{-10}$. Як індикатор використовують розчин калію хромату, який реагує з надлишком аргентум-йонів, утворюючи осад аргентум хромату оранжево-цегляного кольору. Для утворення осаду аргентум хромату в точці еквівалентності необхідно, щоб концентрація хромату в розчині була щонайменше 0,02 моль/дм³.

Діапазон вимірювань масових концентрацій хлоридів титриметричним методом складає у поверхневих водах – від 10 до 500 мг/дм³ включно; у очищених стічних водах – від 10 до 1500 мг/дм³ включно.

Не можна титрувати кислі та лужні розчини. У кислому середовищі хромат переходить у біхромат, який утворює з йонами аргентуму червоний осад, розчинний у кислотах. У лужному розчині утворюються аргентум оксид та гідроксид. При титруванні рН розчину має бути не менше ніж 5,0 і не більше ніж 9,5. У присутності солей амонію рН розчину має бути в межах від 5,5 до 7,5.

Титруванню перешкоджають йони, які утворюють з хромат-йонами осади, а саме: Меркурій, Плюмбум, Барій та інші.

Титруванню заважають фосфати у концентраціях вище 25 мг/дм³, а також броміди, йодиди, ціаніди, сульфідиди, амоній-йони, які утворюють з йонами аргентуму осади або комплекси.

Ферум заважає титруванню, якщо його вміст перевищує 2,5 мг в об'ємі для титрування, бо затрудняє фіксацію кінцевої точки титрування за рахунок утворення ферму оксидів та гідроксидів бурого-коричневого кольору.

Титруванню заважають великі кількості ферум (II) та сульфід-йони, бо вони відновлюють хромат-йони.

Титруванню заважають забарвлення та завислі речовини.

Якщо є підстави вважати, що у воді, яка аналізується, наявні сульфідиди, сульфідиди, тіосульфідиди, їх перешкоджаючий вплив усувають додаванням до нейтральної або лужної проби декількох крапель розчину пероксиду водню з масовою часткою 30 %.

Титриметричним методом вимірюють об'єм аргентум нітрату, який пішов на осадження хлоридів.

Розрахунковим методом встановлюють масову концентрацію хлоридів. Відбір проб поверхневих вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05-85, очищених стічних вод – згідно з КНД 211.1.0.009. Проби відбирають у скляні ємності. Об'єм проби, яка відбирається, має бути не менше 300 см³.

Проби не консервують. Їх можна зберігати при кімнатній температурі. Якщо у воді, яка аналізується, присутні інші сполуки хлору, наприклад,

активний хлор, аналіз виконують одразу після відбору проб.

3.3 Експериментальна частина

Пробопідготовка

Якщо проба води, відібрана для аналізу, прозора, але має забарвлення, його усувають струшуванням з вугіллям активованим, яке додають з розрахунку 0,5 г на кожні 100 см³ проби. Активоване вугілля попередньо перевіряють на відсутність хлоридів з водою бідистильованою (Додаток В). Після знебарвлення пробу води фільтрують через фільтр «синя стрічка».

Якщо забарвлена проба каламутна, пробу освітлюють суспензією алюмінію гідроксиду. Для цього на кожні 100 см³ води додають 3 см³ суспензії алюмінію гідроксиду і суміш струшують до знебарвлення рідини, після чого фільтрують через фільтр «біла стрічка».

Якщо проба води, підготовлена до титрування лужна або кисла, її нейтралізують до рН від 5,0 до 9,5 од. рН додаванням краплями розчину кислоти нітратної або розчину натрію гідрооксиду. Якщо у пробі присутні йони амонію в концентрації вище 10 мг/дм³, встановлюють рН від 5,5 до 7,5. Контроль рН здійснюють рН-метром.

Вимірювання масової концентрації хлоридів титриметричним методом. Піпеткою відбирають аліквоту підготовленої проби об'ємом від 5 до 100 см³. Вміст хлориду в аліквоті має знаходитись в межах від 1 до 8 мг. Аліквоту вміщують у конічну колбу і, за необхідності, мірним циліндром додають води бідистильованої до 100 см³.

Одночасно готують холосту пробу, для чого піпеткою відбирають 100 см³ води бідистильованої і вміщують у конічну колбу.

У підготовлену пробу додають 1,5 см³ 10 % розчину калій хромату і титрують розчином аргентум нітрату з молярною концентрацією 0,05 моль/дм³. Титрування ведуть на білому фоні, додаючи титрант порціями не більшими ніж 0,5 см³, а наприкінці титрування краплями, постійно і ретельно перемішуючи розчин, що титрується. Титрування закінчують після зміни кольору з зеленувато-жовтого на оранжево-цегляний.

Виконують два паралельні титрування. Одночасно титрують холосту пробу.

Результати титрування записують до третьої значущої цифри.

Обробка результатів

Результат одиничного вимірювання масової концентрації хлоридів у вихідній пробі ρ_i , мг/дм³, розраховують за формулою:

$$\rho = ((V - V_x) 0,02 k 35,453 1000) / V_{пр} \quad (3.1)$$

де V – об'єм розчину аргентум нітрату, який пішов на титрування проби, см³;

V_x – об'єм розчину аргентум нітрату, який пішов на холосте титрування, см³;
0,02 – задана концентрація аргентум нітрату, моль/дм³;

k – коефіцієнт поправки для приведення концентрації аргентум нітрату до

концентрації $0,02$ моль/дм³;

$35,453$ – молярна маса хлорид-іону;

1000 – коефіцієнт для перерахунку концентрації в мг/дм³;

$V_{\text{пр}}$ – об'єм вихідної проби, взятої для титрування, см³.

Результати обчислень за формулою (3.1) заокруглюють і записують до третьої значущої цифри.

Результат вимірювань масової концентрації хлоридів, ρ , розраховують за формулою (3.1) як середнє арифметичне результатів двох паралельних одиничних вимірювань.

3.4 Висновки

Контрольні питання

1. Які джерела природного вмісту хлоридів у воді?
2. Роль хлорид-іону у організмі людини.
3. Який аналітичний метод аналізу лежить в основі визначення хлоридів у воді?
4. Що включає пробопідготовка для проведення аналізу з визначення хлорид-іонів у питній воді?
5. Які фактори можуть заважати точності проведення аналізу?

Лабораторна робота № 4

Вимірювання масової концентрації кальцію та магнію у неочищених та очищених поверхневих та підземних водах

4.1 Мета: титриметричним методом визначити вміст кальцію та магнію у поверхневих чи підземних водах до та після кип'ятіння, іонітної очистки та хімічних методів пом'якшення води.

4.2 Короткі теоретичні відомості.

Відомо, що Кальцій виконує в організмі багато функцій: є пластичним матеріалом, що вкрай потрібний для остеогенезу і репарації кісток (у кістках міститься 99% Кальцію), бере участь в утворенні дентину. Кальцій потрібний для підтримки нервово-м'язового збудження, бере участь у процесах згортання крові, впливає на проникність біологічних мембран. Добова потреба дорослої людини в Кальції коливається від 800 до 1100 мг (від 1000 мг на добу у віці до 7 років і майже 1400 мг – у 14–18 років). Під час вагітності потреба в ньому збільшується до 1500 мг на добу.

Потреба людини в Кальції задовольняється за рахунок насамперед молока і молокопродуктів. З водою твердістю 3,5–7 ммоль/дм³ в організм надходить приблизно 15–25% Кальцію від фізіологічної добової потреби. Дефіцит кальцію в організмі створюється досить швидко, бо виведення його є сталим і не залежить від надходження. Тому тривале користування м'якою водою, збідненою на Кальцій, може призвести до дефіциту його в організмі. Так, встановлено, що у дітей, які мешкають у районах з м'якою водою (до 3,5 ммоль/дм³), на зубній емалі утворюються лілові плями, які є наслідком декальцинації дентину.

Магній є кофактором і активатором більш ніж 300 ферментативних реакцій, включаючи гліколіз, синтез АТФ, транспорт мінералів через мембрани, синтез білків і нуклеїнових кислот, нервово-м'язову збудливість і м'язові скорочення.

Важливою є роль Магнію як фізіологічного антагоніста Кальцію, здатного попереджувати або усувати спазм гладких м'язів, причому Магній конкурує з Кальцієм на одних і тих самих каналах мембрани м'язевих клітин. Цей макроелемент тісно пов'язаний не тільки з обміном Кальцію, але й Калію. Сприяючи фіксації Калію в клітинах, Магній забезпечує нормальну функцію клітинних мембран і бере участь у підтримці нормальної температури тіла.

Особливе значення має Магній у функціонуванні нервової тканини і провідної системи серця. Добра забезпеченість організму Магнієм сприяє кращій протидії стресовій ситуації та депресії. Потреба організму в Магнії суттєво збільшується у разі фізичних навантажень, у спортсменів в процесі тривалих і інтенсивних тренувань, під час відповідальних змагань, а також при стресових ситуаціях.

Магній надходить в організм з їжею, водою і сіллю. У дорослої людини щоденна потреба в Магнії становить 300–400 мг. Значну кількість Магнію

містять горіхи, зернові культури (пшеничні висівки, борошно грубого помелу), урюк, курага, сливи (чорнослив), фініки, какао (порошок). Багаті на магній риба (особливо лососеві), соя, свіжі фрукти (особливо банани) та кавуни. Магній містять крупи (вівсяна, пшоняна, гречана), бобові (квасоля, горох), морська капуста, деякі сорти морської риби (скупмбрія, оселедець), філе кальмарів, м'ясо, яйця, хліб, зелень (шпинат, петрушка, салат, кріп), лимони, грейпфрути, мигдаль, халва (соняшникова і тахінна), яблука, ревінь, броколі.

Питна вода в загальному споживанні кальцію і магнію не є основним їх джерелом. Проте, Магній, що міститься у воді у формі гідратованих йонів, характеризується вищим ступенем біонакопичення, ніж Магній у продуктах харчування. Продукти харчування не можуть компенсувати дефіцит Кальцію і, особливо, Магнію, якщо питна вода бідна цими елементами. На користь «водного Магнію» свідчить краща його засвоюваність з води (до 60%), ніж з їжі (30%). Тому зазначається значна роль саме Магнію в питних вод у зниженні серцево-судинної патології. В дослідженнях проведених на добровольцях – жінках, в раціонах яких був різний вміст магнію, було продемонстрована лінійна залежність надходження магнію в організм від жорсткості води та зазначено, що кожні 2 ммоль/дм³ жорсткості є джерелом 6–7% загального надходження магнію, тобто навіть при нормальній жорсткості води (7 ммоль/дм³) надходить додатково 27% магнію. Оптимальний вміст Магнію в питних столових водах високої якості складає 1:2–1:3 від вмісту Кальцію, але не більше 30 мг/дм³.

Метод вимірювань масової концентрації Кальцію та Магнію в поверхневих і очищених стічних водах базується на утворенні комплексів кальцію та магнію з трилоном Б. Комплекс йона кальцію з аніоном кислоти етилендіамінтетрацтової стійкий у дуже лужному середовищі при рН 12–13, а комплекс йона магнію в цьому середовищі руйнується, і Магній знаходиться у вигляді гідроксиду. Кальцій титрують трилоном Б з індикатором мурексидом. Кальцій з мурексидом утворює комплекс рожевого кольору. Після зв'язування всього Кальцію в комплекс з трилоном Б з'являється колір вільного індикатору – бузково-фіолетовий. Після розкладу мурексиду бромною водою або кип'ятінням створюють середовище з рН 10 і титрують Магній трилоном Б з індикатором еріохромом чорним Т (хромогеном чорним). Магній з індикатором еріохромом чорним Т утворює комплекс бузково-фіолетового кольору. Після зв'язування всього Магнію в комплекс з трилоном Б з'являється колір вільного індикатору – синій.

Титрометричним методом вимірюють об'єми розчину трилону Б, які пішли на титрування Кальцію з індикатором мурексидом і титрування Магнію з індикатором еріохромом чорним Т.

Розрахунковим методом встановлюють масову концентрацію Кальцію та Магнію.

Діапазон вимірювань масової концентрації Кальцію та Магнію в поверхневих і очищених стічних водах становить від 10 до 150 мг/дм³ включно.

Визначенню заважають метали, які також дають комплексні сполуки з

трилоном Б. Це проявляється в нечіткій зміні кольору в точці еквівалентності.

Визначенню заважає висока лужність проби, яку нейтралізують хлоридною кислотою та кип'ятять для повного видалення вуглекислоти. Визначенню заважають завислі речовини. При вмісті Феруму більше 50 мг/дм³ цей метод непридатний для визначення Кальцію та Магнію без попереднього видалення Феруму. Визначенню Кальцію заважає Магній, якщо його концентрація у воді, що аналізується, більше 50 мг/дм³, бо він адсорбує мурексид і заважає чіткій фіксації кінця титрування Кальцію.

Відбір проб природних вод виконують згідно з ГОСТ 17.1.5.05, очищених стічних вод – згідно з КНД 211.1.0.009. Проби відбирають у скляні або поліетиленові ємності. Об'єм проби, призначеної для вимірювання масової концентрації Кальцію та Магнію за даною методикою, повинен бути не менше 300 см³.

Проби не консервують. Їх можна зберігати при кімнатній температурі протягом 1 місяця профільтрованими через паперовий фільтр «синя стрічка» одразу після відбору і підкисленими до 2 одиниць рН.

4.3 Експериментальна частина

4.3.1 Пробопідготовка

Якщо у профільтрованій пробі у період зберігання випав осад кальцій карбонату, перед виконанням аналізу його розчиняють якнайменшим об'ємом кислоти хлоридної. Якщо проба забарвлена, її пропускають через колонку з активованим вугіллям.

В об'ємі для титрування вміст Кальцію не повинен перевищувати 7 мг, Магнію – 3 мг. Якщо в пробі масова концентрація фосфатів перевищує 75 мг/дм³ та/або Магнію – 50 мг/дм³, то для аналізу відбирають найменший можливий об'єм проби і доводять його в кінчній колбі до 100 см³ або попередньо проводять точне розведення проби і піпеткою відбирають для титрування 100 см³.

Перед проведенням аналізу визначають лужність проби. Якщо лужність проби перевищує 6 ммоль/дм³, то до відібраної для титрування аліквоти додають еквівалентну кількість кислоти хлоридної (0,1 моль/дм³), кип'ятять 1 хвилину для повного видалення вуглекислоти і охолоджують.

Якщо у пробі Купруму більше 2 мг/дм³, Феруму (II) та (III) більше 20 мг/дм³, Мангану більше 10 мг/дм³, Цинку, Плюмбуму, Алюмінію, Стануму більше 5 мг/дм³, то у попередньо нейтралізовану пробу перед створенням необхідного для титрування Кальцію рН додають піпеткою 2 см³ розчину натрію сульфіді з масовою часткою 10 % та 5 крапель спиртового розчину гідроксиламіну гідрохлориду з масовою часткою 4,5 %.

4.3.2 Вимірювання масової концентрації Кальцію та Магнію титриметричним методом. До обробленої проби об'ємом 100 см³ додають піпеткою 2 см³ розчину натрію гідроксиду з молярною концентрацією 1

моль/дм³, 15 мг сухої суміші індикатору мурексиду (наважку мурексиду масою 0,2 г змішують зі 100 г натрію хлориду та ретельно розтирають до тонкого порошку) і за допомогою бюретки об'ємом 25 см³ титрують Кальцій розчином трилону Б з молярною концентрацією 0,025 моль/дм³ до зміни забарвлення з рожевого на бузково-фіолетове, відмічають об'єм розчину трилону Б, який пішов на титрування Кальцію. Потім до проби додають 1,5 см³ кислоти хлоридної з молярною концентрацією 1 моль/дм³ та кип'ятять пробу до зникнення забарвлення. Після охолодження до проби додають піпеткою 5 см³ буферного розчину, 15 мг індикатору еріохрому чорного Т (наважку еріохрому чорного Т масою 0,5 г змішують зі 100 г натрію хлориду та суміш ретельно розтирають до тонкого порошку) і після перевірки об'єму на бюретці або доведення його до нульової позначки титрують Магній розчином трилону Б до зміни забарвлення з бузково-фіолетового на синє, відмічають об'єм трилону Б, який пішов на титрування Магнію.

Якщо виявилось, що в об'ємі для титрування присутні більші кількості Кальцію та Магнію, ніж ті, що вимагаються, титрування повторюють з меншим об'ємом проби, доведеним водою дистильованою до 100 см³.

Якщо вміст Магнію менше ніж 30 мг/дм³, для титрування Магнію використовують бюретку ємністю 5 см³. Об'єм, який пішов на титрування, відмічають з точністю 0,02 см³.

Виконують два паралельні титрування.

Для кожної серії проб виконують холосте титрування 100 см³ води дистильованої.

Результати титрувань записують до третьої значущої цифри.

4.3.3 Обробка результатів

Результат одиничного вимірювання масової концентрації Кальцію у вихідній пробі ($\rho_{\text{Ca}i}$, мг/дм³) розраховують за формулою:

$$\rho_{\text{Ca}i} = \frac{(V_{\text{Ca}i} - V_x) \cdot 0,025 \cdot k \cdot 40,08 \cdot 1000}{V_{\text{пр}}} = \frac{(V_{\text{Ca}i} - V_x) \cdot k \cdot 1002}{V_{\text{пр}}}$$

де $V_{\text{Ca}i}$ – об'єм розчину трилону Б, який пішов на i -те титрування Кальцію, см³;

V_x – об'єм розчину трилону Б, який пішов на холосте титрування, см³;

0,025 – точна концентрація розчину трилону Б, мг/дм³;

k – коефіцієнт поправки для приведення концентрації розчину трилону Б до концентрації 0,025 моль/дм³;

40,08 – молярна маса еквіваленту Кальцію при комплексонометричному титруванні;

1000 – коефіцієнт перерахунку концентрації Кальцію на мг/дм³;

$V_{\text{пр}}$ – об'єм вихідної проби, взятий для титрування, см³;

i – номер одиничного вимірювання масової концентрації, $i = 1, 2$.

Результат одиничного вимірювання масової концентрації Магнію у

вихідній пробі ρ_{Mgi} , мг/дм³, розраховують за формулою:

$$\rho_{Mgi} = \frac{(V_{Mgi} - V_x) \cdot 0,025 \cdot k \cdot 24,32 \cdot 1000}{V_{пр}} = \frac{(V_{Mgi} - V_x) \cdot 607,8}{V_{пр}}$$

де: V_{Mgi} – об'єм розчину трилону Б, який пішов на i -те титрування Магнію, см³;

V_x – об'єм трилону Б, який пішов на холосте титрування, см³;

0,025 – точна концентрація розчину трилону Б, моль/дм³;

k – коефіцієнт поправки для приведення концентрації розчину трилону Б до концентрації 0,025 моль/дм³;

24,32 – молярна маса еквіваленту Магнію при комплексонометричному титруванні;

1000 – коефіцієнт перерахунку концентрації Магнію на мг/дм³;

$V_{пр}$ – об'єм вихідної проби, взятий для титрування, см³;

i – номер одиничного вимірювання масової концентрації, $i = 1, 2$.

Результати обчислень за формулами заокруглюють і записують до третьої значущої цифри.

Результат вимірювань масової концентрації Кальцію (Магнію) розраховують за формулою як середнє арифметичне результатів двох паралельних одиничних вимірювань.

4.3.4 Проводять очищення води за вказівкою викладача фізичними (кип'ятіння), хімічними (содовий метод, вапняковий метод) чи фізико-хімічними методами (іонітна очистка, зворотній осмос).

Потім визначають вміст кальцію та магнію зазначеними вище методами.

Отримані концентрації порівнюють з показниками фізіологічної повноцінності мінерального складу питної води (ДСанПіН 2.2.4-171-10), додаток Б.

4.4 Висновки

Контрольні питання

1. Роль питної води як джерела іонів Кальцію та Магнію для організму людини.
2. Порядок відбору та підготовки проб води для аналізу вмісту іонів Кальцію та Магнію.
3. Який аналітичний метод використовують для аналізу на вміст іонів Кальцію та Магнію?
4. Як впливає жорсткість води на технологічні процеси?
5. Які Ви знаєте методи пом'якшення води?
5. Які хімічні та фізичні методи зменшення жорсткості Ви знаєте?
6. Охарактеризуйте механізм іонітної очистки води.

Лабораторна робота № 5

Визначення вмісту сполук фосфору та силіцію у водопровідній, бюветній і річковій воді

5.1 Мета роботи: навчитися визначати вміст сполук фосфору та силіцію у водопровідній, бюветній і річковій воді.

5.2 Короткі теоретичні відомості

Фосфор міститься в поверхневих водах суходолу у вигляді ортофосфатів, поліфосфатів та органічних сполук ($P_{орг.}$). Надходять сполуки фосфору в природні води у процесі життєдіяльності гідробіонтів та при мінералізації їхніх решток. Концентрація фосфору зменшується внаслідок споживання, в основному ортофосфатів, водними рослинами. Основними антропогенними джерелами надходження неорганічних сполук фосфору (ортофосфатів та поліфосфатів) у поверхневі води суходолу є змивання фосфоровмісних добрив дощем із сільськогосподарських угідь, а також стічні води лазне-пральних комбінатів.

У поверхневих водах суходолу сполуки фосфору містяться у розчиненому колоїдно-дисперсному й завислому станах. Ці форми за потреби можна розділити за допомогою мембранних фільтрів. До розчинних форм фосфору належать неорганічні – орто-, піро- й поліфосфати, а також органічні фосфоровмісні сполуки (нуклеїнові кислоти, нуклеопротеїди, фосфорильовані цукри, фосфоліпіди та ін.). Завислі форми фосфору також можуть бути неорганічного (фосфоровмісні мінерали) й органічного (сестон, детрит) походження.

Співвідношення органічних форм фосфору, зокрема ортофосфатів, залежить від рН води (табл. 5.1). За значення рН 6,5–8,5, характерного для поверхневих вод суходолу, фосфати містяться в основному у вигляді іонів $H_2PO_4^{2-}$. Значну частину фосфору можуть становити поліфосфати, особливо за антропогенного забруднення води, та фосфоровмісні органічні сполуки.

Концентрація сполук фосфору в поверхневих водах зазвичай становить соті і тисячні частки мг Р/дм³, у забруднених водах може досягати кількох мг Р/дм³.

Максимальні концентрації сполук фосфору у воді спостерігаються навесні і влітку, мінімальні – восени і взимку.

Таблиця 5.1 – Залежність вмісту (мол. частка, %) різних форм ортофосфатів від рН води

Форма ортофосфату	рН							
	5	6	7	8	8,5	9	10	11
H_3PO_4	0,10	0,01	—	—	—	—	—	—
$H_2PO_4^-$	97,99	83,67	33,90	4,88	1,61	0,51	0,05	—
HPO_4^{2-}	1,91	16,32	66,10	95,12	98,38	99,45	99,59	96,53
PO_4^{3-}	—	—	—	—	0,01	0,04	0,36	3,47

Специфіка визначення різних сполук фосфору у воді полягає в тому, що в процесі попередньої підготовки проб усі вони переходять у молекули ортофосфорної кислоти H_3PO_4 , вміст яких у подальшому визначають фотометрично в одній аналітичній формі – продукті відновлення фосфомолібденової гетерополікислоти до молібденової сині. Тому нижня межа визначення всіх сполук фосфору є однаковою за однакового об'єму проб.

Схема аналізу така. Спочатку визначають вміст ортофосфатів C_1 у пробі води, профільтрованої крізь мембранний фільтр із розміром пор 0,45 мкм. Потім у такій же пробі профільтрованої води проводять кислотний гідроліз поліфосфатів, за якого вони розкладаються до ортофосфатів, і визначають вміст останніх C_2 , вміст поліфосфатів дорівнює різниці $C_2 - C_1$. Далі визначають загальний вміст розчиненого фосфору C_3 після деструкції поліфосфатів та органічних сполук фотохімічним методом чи методом «мокрого спалювання» з персульфатом. Вміст розчинних органічних сполук фосфору ($P_{орг}$) дорівнює різниці $C_3 - C_2$.

Валовий вміст фосфору визначають у нефільтрованій пробі води, проводячи гідроліз поліфосфатів і деструкцію органічних сполук. Вміст завислих сполук загального фосфору визначають за різницею вмісту валового фосфору і загального розчиненого фосфору. Вміст сполук фосфору в зависях можна також визначити в розчині, отриманому після розчинення мембранного фільтра разом з осадом.

Вміст розчинених ортофосфатів визначають також за експресною тест-методикою.

Сполуки фосфору є біохімічно рухливими компонентами, тому їх бажано визначати у свіжовідібраній пробі води. Якщо це неможливо, то до пробі води додають 2–4 см³ хлороформу на 1 дм³ і зберігають за температури 3–5°C не довше ніж 3 доби. Вміст усіх форм фосфору виражають у мг Р/дм³.

Інколи вміст фосфору в природних водах виражають у мг $PO_4^{3-}/дм^3$ або в ммоль-екв $PO_4^{3-}/дм^3$. Коефіцієнти для перерахунку вмісту фосфору у воді, вираженого в різних одиницях, наведені в табл. 5.2.

Таблиця 5.2 – Коефіцієнти для перерахунку вмісту фосфору у воді, вираженого в різних одиницях

Одиниця	мг Р/дм ³	мг $PO_4^{3-}/дм^3$	ммоль-екв $PO_4^{3-}/дм^3$
1 мг Р/дм ³	1	3,067	0,0969
1 мг $PO_4^{3-}/дм^3$	0,326	1	0,0316
1 ммоль-екв $PO_4^{3-}/дм^3$	10,32	31,66	1

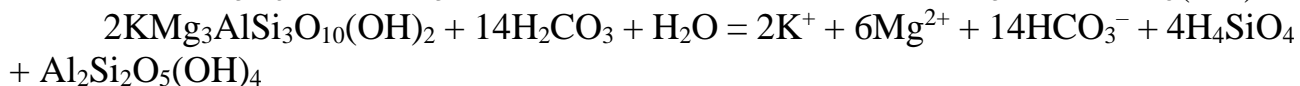
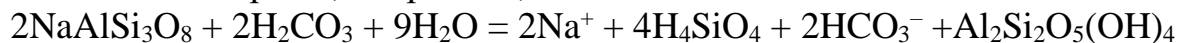
Приклад 1. $1 \text{ мг } PO_4^{3-}/дм^3 = 3,067 \text{ мг Р/дм}^3$.

Приклад 2. $1 \text{ ммоль-екв } PO_4^{3-}/дм^3 = 0,0969 \text{ мг Р/дм}^3$

У поверхневих водах суходолу **силіцій** міститься у вигляді малорозчинної ортосиліцієвої кислоти H_4SiO_4 (розчинність близько 6 мг/дм³), продукту її дисоціації $H_3SiO_4^-$, полісилікатів та силіційвмісних органічних сполук. До складу колоїдних форм і зависей в основному входять гідратований діоксид силіцію та

природні силікати. У річкових водах вміст сполук силіцію зазвичай коливається в межах 1–20 мг/дм³.

Силіцій є постійним компонентом природних вод, що зумовлено великою поширеністю його сполук в гірських породах, і лише їх мала розчинність у воді пояснює низький вміст Si у воді. Головним джерелом сполук силіцію в природних водах є процеси хімічного вивітрювання і розчинення кремнійвмісних мінералів, наприклад, алюмосилікатів:



Значні кількості силіцію поступають в природні води в процесі відмирання наземних і водних рослинних організмів, з атмосферними опадами, а також зі стічними водами підприємств, що виробляють керамічні, цементні, скляні вироби, силікатні фарби, кремнійорганічний каучук та ін. Форми сполук, в яких знаходиться силіцій в розчині дуже різноманітні і міняються залежно від мінералізації, складу води і значень рН. Частина Si знаходиться в істинно розчиненому стані у вигляді силіцієвої кислоти і полісиліцієвих кислот. Інша частина Si знаходиться в природних водах в колоїдному стані та у вигляді зависей, наприклад гідратований SiO₂, силікат заліза та алюмосилікати.

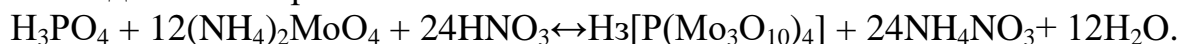
Вміст силіцію визначають фотометричним методом у вигляді жовтої силіціймолібденової гетерополікислоти або продукту її відновлення – синього силіціймолібденового комплексу. Чутливішим і надійнішим є його визначення у вигляді сполуки синього кольору, тому що в цьому разі кольоровість води, зумовлена наявністю жовтих гумусових речовин, практично не впливає на результати аналізу.

Класичний гравіметричний метод визначення вмісту силіцію осадженням його діоксиду потребує наявності в пробі води не менш як 5 мг SiO₂, він незручний і довготривалий, тому не знайшов широкого використання в практиці гідрохімічних досліджень.

5.3. Експериментальна частина

5.3.1 Фотометричне визначення розчинених ортофосфатів

Принцип методу. Внаслідок взаємодії ортофосфатів із молібдатом амонію в кислому середовищі (рН~1) утворюється забарвлена в жовтий колір фосфомолібденова гетерополікислота:



Під дією відновника, наприклад аскорбінової кислоти, молібден (VI) у гетерополікислоті відновлюється до середнього ступеня окислення +5,5, який відповідає суміші еквівалентних кількостей Mo (VI) і Mo (V). Внаслідок цього утворюється сполука синього кольору – молібденова синь. Інтенсивність забарвлення розчину пропорційна концентрації ортофосфатів.

За наявності стибій(III)тартрату калію до складу забарвленої сполуки входить стибій у співвідношенні Sb : P = 1 : 1. За цих умов реакція відбувається

швидко за кімнатної температури; збільшується також інтенсивність забарвлення. Поліфосфати і фосфоровмісні органічні сполуки в реакцію не вступають.

Нижня межа визначення ортофосфатів дорівнює 0,01 мг Р/дм³ за об'єму проби 50 см³. Якщо концентрація силікатів більша за 100 мг Si/дм³, а заліза(III) – за 1 мг/дм³, то вони заважають аналізу. Вплив силікатів усувають розбавленням проби води, заліза – добавлянням еквівалентної кількості комплексону III або пропусканням проби крізь колонку, заповнену катіонітом в Н⁺-формі. Кольоровість води не впливає на результати аналізу.

Методика визначення. У колбу місткістю 100 см³ відбирають 50 см³ профільтрованої проби (або інший об'єм, випарений чи розбавлений до 50 см³ дистильованою водою), добавляють 10 см³ змішаного реактиву і розчин перемішують. Через 10 хв вимірюють його оптичну густину на спектрофотометрі за $\lambda = 682$ нм або на фотоелектроколориметрі з червоним світлофільтром ($\lambda_{\text{еф}} = 670$ нм) у кюветі з товщиною поглинального шару 5 см. Розчином порівняння є дистильована вода.

Одночасно проводять «холостий» дослід з дистильованою водою, а отримане значення оптичної густини віднімають від значення оптичної густини проби води.

Якщо значення оптичної густини проби після віднімання значення оптичної густини «холостого» розчину менше за 0,02 або більше за 0,5, то для аналізу беруть відповідно більший або менший об'єм проби.

Вміст ортофосфатів у мг Р/дм³ визначають за калібрувальним графіком.

Побудова калібрувального графіка. У мірні колби місткістю 50 см³ вносять 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 5,0; 7,5; 10,0; 15,0; 20,0 см³ робочого розчину дигідрофосфату калію і доливають до риски дистильованою водою. Концентрація фосфатів в отриманих розчинах дорівнює відповідно 0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,08; 0,10; 0,15; 0,20; 0,30; 0,40 мг Р/дм³. Далі діють за наведеною методикою визначення.

Для побудови калібрувального графіка на осі абсцис відкладають значення концентрації фосфатів, мг Р/дм³, на осі ординат – різницю значень оптичних густин розчинів, в яких міститься гідрофосфат калію і в яких його немає. Калібрувальний графік будують щоразу безпосередньо перед виконанням аналізу.

Зачення оптичних густин розчинів, за якими побудовано калібрувальний графік, збільшуються приблизно від 0,05 до 0,40 ($\lambda_{\text{еф}} = 670$ нм, $l = 5$ см).

Вміст ортофосфатів C_x (мг Р/дм³) обчислюють за рівнянням

$$C_x = \frac{C \times 50}{V}$$

де C – концентрація ортофосфатів, визначена за калібрувальним графіком, мг Р/дм³;

V – об'єм проби води, см³.

Коефіцієнти для перерахунку вмісту фосфору у воді, вираженого в різних одиницях, наведені в табл. 5.2.

Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр ($\lambda = 682$ нм або червоний світлофільтр із $\lambda_{\text{эф}} = 670$ нм). Кювети з товщиною поглинального шару 5 см.

Розчин сірчаної кислоти, 5 моль-екв/дм³: до 400 см³ дистильованої води доливають 70 см³ концентрованої H₂SO₄ х.ч. ($d = 1,84$ г/см³). Після охолодження об'єм розчину доводять до 500 см³.

Розчин молібдату амонію: 20 г (NH₄)₆Mo₇O₂₄·H₂O, х.ч., розчиняють у 500 см³ дистильованої води. За наявності каламуті розчин потрібно профільтрувати.

Розчин аскорбінової кислоти, 0,1 М: 1,32 г аскорбінової кислоти C₆H₈O₆, х.ч. або ч.д.а., розчиняють у 75 см³ дистильованої води. Розчин готують у день виконання аналізу.

Розчин стибій(III)тартрату калію: 0,274 г K(SbO)C₄H₄O₆ · 0,5H₂O, х.ч., розчиняють у дистильованій воді й доводять об'єм розчину до 100 см³.

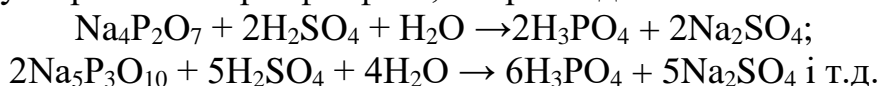
Змішаний реактив: 125 см³ 5 моль-екв/дм³ сірчаної кислоти змішують із 37,5 см³ розчину молібдату амонію, доливають 75 см³ розчину аскорбінової кислоти і 12,5 см³ розчину стибій(III)тартрату калію. Цей реактив можна зберігати не довше ніж 24 год.

Стандартний розчин дигідрофосфату калію, 40 мг Р/дм³: 0,176 ± 0,001 г KN₂PO₄, х.ч., попередньо висушеного упродовж 2 год при температурі 105 °С й охолодженого в ексікаторі над CaCl₂, розчиняють у дистильованій воді, додають 2 см³ хлороформу і доводять об'єм розчину дистильованою водою до 1 дм³ у мірній колбі.

Робочий розчин дигідрофосфату калію, 0,001 мг Р/см³: 5 см³ стандартного розчину KN₂PO₄ розбавляють дистильованою водою до 200 см³ у мірній колбі.

5.3.2 Фотометричне визначення розчинених поліфосфатів

Принцип методу. Спочатку проводять кислотний гідроліз поліфосфатів, внаслідок чого утворюються ортофосфати, наприклад:



Вміст поліфосфатів визначають за різницею між концентраціями ортофосфатів після (C₂) і до (C₁) гідролізу і виражають у мг Р/дм³.

Нижня межа визначення вмісту поліфосфатів дорівнює 0,02 мг Р/дм³ за об'єму проби 50 см³. Вплив значних кількостей силіцію і заліза, що заважають, усувають, як зазначено в попередній методиці.

Методика визначення. У конічну колбу місткістю 250 см³ вносять 100 см³ проби води, профільтрованої крізь мембранний фільтр із діаметром пор 0,45 мкм (або менший об'єм, доведений до 100 см³ дистильованою водою). Потім додають 2 см³ 34%-го розчину сірчаної кислоти, колбу закривають пробкою-охолодильником і кип'ятять упродовж 30 хв. Після охолодження пробу нейтралізують розчином їдкою натру за наявності індикатору фенолфталеїну, переносять у мірну колбу місткістю 100 см³ і доливають дистильованою водою до риски. Якщо після нейтралізації об'єм розчину більший, ніж 100 см³, то його випарюють, охолоджують і доводять до 100 см³ дистильованою водою.

Відбирають 50 см³ розчину і визначають вміст ортофосфатів (див. вище).
Вміст поліфосфатів C_x (мг Р/дм³) обчислюють за рівнянням

$$C_x = \frac{C_2 \times 100}{V} - C_1$$

де C_2 – концентрація ортофосфатів у розчині після гідролізу, мг Р/дм³;

V – об'єм проби води, взятий для аналізу, см³;

100 – об'єм, до якого розбавлена проба, см³;

C_1 – концентрація ортофосфатів у розчині до гідролізу, мг Р/дм³.

Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви

Такі самі, як і при визначенні ортофосфатів (див. вище).

Розчин сірчаної кислоти, 34%-й: 337 см³ концентрованої H₂SO₄, х.ч., невеликими порціями доливають до 600 см³ дистильованої води і після охолодження розчину доводять його об'єм до 1 дм³.

Їдкий натр, 10%-й розчин: 11 г NaOH, х.ч., розчиняють у 100 см³ дистильованої води.

5.3.3 Фотометричне визначення загального розчиненого фосфору

До загального розчиненого фосфору належать ортофосфати, поліфосфати та фосфор органічних сполук (P_{орг}). Тому вміст загального розчиненого фосфору визначають після гідролізу поліфосфатів і деструкції органічних сполук. Для цього органічні сполуки попередньо мінералізують фотохімічним окисненням або окисненням персульфатом калію в кислому середовищі з одночасним переведенням також поліфосфатів в ортофосфати.

Метод «мокрого спалювання» з персульфатом калію. Метод можна застосувати для аналізу поверхневих вод із вмістом фосфору не менш як 0,01 мг Р/дм³ за об'єму проби 50 см³. Його можна використати в лабораторіях, де немає апаратури для фотохімічної деструкції органічних сполук.

Принцип методу. Метод ґрунтується на окисненні фосфорорганічних та інших органічних сполук персульфатом калію в кислому середовищі. Вміст ортофосфатів, які при цьому утворюються, визначають фотометричним методом.

Методика визначення. У пробірку з термостійкого скла вносять 40 см³ профільтрованої проби води (або менший об'єм, доведений до 40 см³ дистильованою водою), додають 0,6 ± 0,1 г персульфату калію і 0,5 см³ 34%-го розчину сірчаної кислоти. Пробірку вміщують у киплячу водяну баню і витримують упродовж 1 год. Після охолодження розчин переносять у мірну колбу місткістю 50 см³, додають 2–3 краплі індикатору α-динітрофенолу, нейтралізують розчином аміаку (1 : 1) до появи жовтого забарвлення і доливають до риски дистильованою водою. В отриманій пробі визначають вміст ортофосфатів за методикою, наведеною вище.

$$C_x = \frac{C \times 50}{V}$$

де C – концентрація ортофосфатів у пробі, визначена за калібрувальним графіком, мг Р/дм³;

V – об'єм проби води, взятий для аналізу, см³;

50 – об'єм, до якого розбавлена проба води, см³.

Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви

Спектрофотометр або фотоелектроколориметр ($\lambda = 682$ нм, червоний світлофільтр).

Кювети з товщиною поглинального шару 1 і 5 см.

Водяна баня.

Реактиви такі самі, як і при визначенні вмісту ортофосфатів (див. вище).

Персульфат калію K_2SO_4 , х.ч. або ч.д.а.

Розчин сірчаної кислоти, 34%-й: 337 см³ концентрованої H_2SO_4 , х.ч., невеликими порціями доливають до 600 см³ дистильованої води і після охолодження доводять об'єм розчину до 1 дм³.

Розчин аміаку (1:1): 50 см³ концентрованого розчину NH_4OH , х.ч., додають до 50 см³ дистильованої води.

Розчин α -динітрофенолу: 0,1 г динітрофенолу $C_6H_4O_5N_2$ розчиняють у 20 см³ 95%-го етанолу і доводять об'єм розчину до 100 см³ дистильованою водою.

Вміст фосфор органічних сполук

Вміст фосфору органічних сполук C_x (мг P/дм³) обчислюють за рівнянням

$$C_x = C_3 - C_2,$$

де C_3 – вміст загального розчиненого фосфору, мг P/дм³;

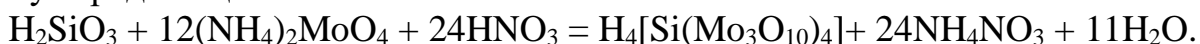
C_2 – сумарний вміст орто- і поліфосфатів, мг P/дм³.

Опрацювання результатів

Дані визначень заносять в звіт з вказівкою виду води.

5.3.4 Фотометричне визначення розчинних форм силіцію

Одним з найбільш поширених методів визначення вмісту силіцію в природних водах є фотометричний метод визначення у вигляді жовтої силіцій-молібденової гетерополікислоти (Si-ГПК), яка утворюється при взаємодії реакційно здатних мономерних форм силіцієвої кислоти з молібдатом амонію в кислому середовищі:



Для утворення Si-ГПК оптимальним є рН близько 1–1,5. Для повного переведення силіцію в комплекс Si-ГПК вводять надлишок молібдату амонію. Фотометричне визначення силіцію проводять при 400 нм, молярний коефіцієнт поглинання становить $\epsilon_{400} = 1,2 \cdot 10^3$ л·моль⁻¹·см⁻¹. Інтенсивність забарвлення досліджуваного розчину пропорційна концентрації силіцію, яку знаходять за градувальним графіком. Мінімальна концентрація сполук силіцію, яку можна визначити цим методом, дорівнює 1 мг SiO_2 /л або 0,5 мг Si/л.

Визначенню Si у вигляді жовтої ГПК можуть заважати інші елементи, що утворюють гетерополікислоти: P, As, Ge, B, V, W. Але реально при аналізі природних вод заважають лише ортофосфати. Для усунення їх впливу додають оксикарбонові кислоти: винну, лимонну, шавлеву та інші, які руйнують фосфору ГПК, зв'язуючи молібден в комплекси.

Для визначення розчинних форм силіцію воду попередньо фільтрують і зберігають у холодильнику при температурі 4–10°C. Консервація не потрібна.

Заважаючий вплив:

- Відновники (Fe^{2+} , SO_3^{2-} , феноли та інш.) – усувають додаванням персульфату амонію;
- Фториди – усувають взаємодією з борною кислотою;
- Фосфати – усувають винною кислотою;
- Fe^{3+} (при концентрації >20 мг/дм³) усувають додаванням фториду, надлишок якого усувають борною кислотою.

Установки, прилади, лабораторний посуд, реактиви

Фотоелектроколориметр КФК-2 зі скляними кюветами (1 = 3,0 см та 5,0 см), 2 шт.

Робочий розчин силіцію 20 мг Si/л;

Молібдат амонію 5 % водний розчин;

Соляна кислота (1:1);

Винна кислота 10 % водний розчин.

Порядок виконання роботи

25 мл профільтрованої неконсервованої проби води поміщають в конічну колбу на 100 мл і додають 1 мл хлороводневої кислоти (1:1), 2,5 мл молібдату амонію і через 10 хв. 2,5 мл винної кислоти. Суміш перемішують і вимірюють оптичну густину розчину через 10–15 хв. на КФК-2 з фіолетовим світлофільтром ($\lambda = 400$ нм) з товщиною шару 3 (або 5) см проти дистильованої води. Паралельно готують холостий розчин. До аліквоти досліджуваної води додають такий же об'єм дистильованої води (6 мл) і вимірюють оптичну густину розчину $D_{\text{хол}}$. При визначенні концентрації силіцію в досліджуваній воді визначають $D_{\text{проби}}$ і знаходять: $\Delta D = D_{\text{проби}} - D_{\text{хол}}$

Побудова градувального графіку: в мірні колби на 25 мл вносять по 0; 2,5; 5,0; 7,5; 10,0; 20,0 мл стандартного розчину силікату натрію і доводять до риски дистильованою водою. Розчини перемішують і переносять в конічні колби на 100 мл. До розчинів в конічних колбах додають по 1 мл хлоридної кислоти (1:1), 2,5 мл молібдату амонію, перемішуючи розчини після додавання кожного реагенту. Через 10 хв. до розчинів додають 2,5 мл винної кислоти. Суміш перемішують і вимірюють оптичну густину розчину через 10–15 хв. на КФК-2 з фіолетовим світлофільтром ($\lambda = 400$ нм) з товщиною шару 3 см проти дистильованої води. Результати визначення представляють у вигляді таблиці.

Таблиця. 5.3 – Дані для побудови градувального графіка та визначення вмісту силіцію у воді (1 = ...; $\lambda = \dots$; $V_{\text{заг}} = \dots$)

№	V_{Si} , мл	C_{Si} , мг/дм ³	D
1	0	0	0
2	2,5	0.5	0.07
3	5	1.0	0.15
4	7,5	1.5	0.21
5	10	2.0	0.25
6	20	4.0	0.47
проба води	–		

Для малих значень оптичної густини ($D < 0,1$) використовують скляні кювети з товщиною 5,0 см.

Будують залежність $D = f(C_{Si})$ та визначають вміст силіцію у пробі.

5.4. Висновки

Контрольні питання

1. Які джерела надходження сполук фосфору у природні води? Форми існування фосфору у воді.
2. Які нормативні показники вмісту поліфосфатів у водах різного походження?
3. На чому ґрунтується визначення ортофосфатів?
4. Принцип методу визначення поліфосфатів.
5. У чому полягає суть методу фотометричного визначення загального розчиненого фосфору?
6. Розрахункове визначення фосфору органічних сполук.
7. Які фактори мають заважаючий вплив на процес аналізу фосфатів? Їх усунення.
8. Які джерела надходження силіцію у природні води?
9. Які нормативні показники вмісту силіцію у водах різного походження?
10. На чому ґрунтується фотометричне визначення розчинних форм силіцію?
11. Які фактори мають заважаючий вплив на процес визначення силіцію? Їх усунення.

Лабораторна робота № 6

Визначення концентрації нітрит-іонів фотометричним методом

6.1 Мета: засвоїти методику визначення масової концентрації нітритів у воді за допомогою фотометричного методу.

6.2 Короткі теоретичні відомості

Вода являється одним з шляхів потрапляння нітритів до організму людини. Найбільша концентрація нітритів у воді спостерігається літом, що пов'язано з діяльністю деяких мікроорганізмів і водоростей. Підвищений вміст нітритів вказує на посилення процесів розкладу органічних речовин в умовах повільного окислення NO_2^- в NO_3^- , це вказує на забрудненість водойми. Вміст нітритів являється важливим санітарним показником.

Нітрит – сіль нітратної кислоти HNO_2 . Нітритами термічно менш стійкі, ніж нітратами використовуються у виробництві азобарвників та в медицині.

Нітритами потрапляють в кров людини двома способами: через воду чи харчові продукти безпосередньо або ж у формі нітратів, які в крові перетворюються в нітритами. Вони являються «отрутою» для гемоглобіну людини. Двохвалентний ферум в гемоглобіні крові окислюється до трьохвалентного і перетворюється в метгемоглобін. Він не здатний переносити O_2 або ж CO_2 .

ГДК нітритів у воді складає 3 мг/дм^3 . Нітритами на багато небезпечніші за нітратами, тому їх вміст у воді контролюється більш строго (ГДК нітратів 45 мг/дм^3).

Нітритами визначають фотометричним методом з реактивом Гріса, який являє собою суміш сульфанілової кислоти і α -нафтиламіну. Нітритами є нестійкими сполуками, тому їх необхідно визначати одразу після відбору проб води. Якщо це неможливо, пробу консервують додаванням 1 см^3 концентрованої сірчаної кислоти або $2\text{--}4 \text{ см}^3$ хлороформу на 1 дм^3 відібраної проби. Можна також охолоджувати пробу до $3\text{--}4^\circ\text{C}$.

Результати аналізу визначають в ммольях екв/ дм^3 нітрит-іонів.

У кислому розчині нітритами взаємодіють з первинними амінами з утворенням солей діазонію. При подальшому їх сполученні з ароматичними сполуками, що містять аміни та гідроксогрупи, утворюється азобарвник, концентрацію якого визначають фотометрично. Для визначення нітрит-іонів у водах запропоновано метод, який ґрунтується на діазотуванні сульфанілової кислоти присутніми в пробах води нітритами і взаємодії утвореної солі діазонію з α -нафтиламином, що спричинює утворення червоно-фіолетового барвника.

Визначенню нітритів заважають завислі речовини та каламутність води, тому пробу перед аналізом бажано фільтрувати.

6.3 Експериментальна частина

Підготовка стандартних і робочих розчинів

Основний розчин А із масовою концентрацією нітрит-іонів 1 мг/см^3

готують по ГОСТ 4212.

Для приготування робочого розчину Б піпеткою на 2 см³ відбирають 2 см³ розчину А, переносять в колбу місткістю 1000 см³, доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою і перемішують вміст колби. Отриманий розчин Б містить 0,002 мг нітрит-йонів в 1 см³ розчину.

Готують розчин оцтової кислоти з молярною концентрацією 5 моль/дм³. Для цього 285 см³ льодяної уксусної кислоти розбавляють дистильованою водою до 1 дм³.

Приготування розчину сульфанілової кислоти здійснюють наступним чином: наважку сульфанілової кислоти зважують з точністю до 0,01 г, розчиняють у невеликій кількості гарячої води, переносять в мірну колбу на 1000 см³, охолоджують, додають 285 см³ льодяної оцтової кислоти і доводять до мітки дистильованою водою.

Розчин готувати не менше ніж за добу до використання і зберігають в скляній посудині з добре притертою кришкою.

Для приготування розчину α -нафтиламіну наважку α -нафтиламіну масою 5 г зважують з точністю до 0,01 г, розчиняють в 200 см³ гарячого розчину оцтової кислоти з молярною концентрацією 5 моль/дм³, охолоджують. Потім розчин розміщують в мірну колбу на 1000 см³, доводять до мітки розчином оцтової кислоти з концентрацією 5 моль/дм³, перемішують і використовують через добу після приготування.

Розчин зберігають в посудині із темного скла в холодильнику. Він придатний до використання протягом місяця.

Хід аналізу

Побудова градуувального графіку

В мірні колби на 100 см³ поміщують розчини в послідовності і кількостях, вказаних в таблиці 6.1.

Таблиця 6.1 – Складання градуувальних графіків

V розчину Б, см ³	C(NO ₂ ⁻), мг/дм ³	V(H ₂ O), см ³	V розчину сульфанілової кислоти, см ³	V розчину α -нафтиламіну, см ³	V розчину ацетату натрію, см ³
0	0	до 50	1	1	1
0,5	0,01	до 50	1	1	1
1,0	0,02	до 50	1	1	1
3,0	0,06	до 50	1	1	1
5,0	0,10	до 50	1	1	1
7,5	0,15	до 50	1	1	1

Після додавання розчину сульфанілової кислоти вміст колб перемішують і через 5 хв. додають решту реактивів. Доводять об'єми розчинів до міток дистильованою водою і ретельно перемішують вміст колб.

Через 10 хв. вимірюють оптичну густина градуувальних розчинів по відношенню до розчину порівняння, що не вміщує розчин Б, на

фотоелектроколориметрі із світлофільтром із максимальним пропусканням при довжині хвилі (540 ± 10) нм в кюветах із товщиною поглинаючого шару 50 мм.

За отриманими даними будують градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис значення мас (або масових концентрацій) нітрит-іонів (або мг/дм³), по осі ординат – відповідні значення оптичних густин.

Відбір і зберігання проб

Проби води, відібрані в скляні чи поліетиленові пляшки, попередньо промиті розчином, що відбирається. Об'єм проби води повинен бути не менше 250 см³. Проби аналізують в той же день або зберігають при температурі (2–5)°С не більше ніж 24 год. Перед аналізом пробу води центрифугують або фільтрують через мембранний фільтр (0,45 мкм), використовуючи примусове фільтрування або ж паперовий фільтр «синя стрічка». Охолоджені проби перед аналізом необхідно нагріти до кімнатної температури.

Якщо досліджувана вода має сильне кисле або лужне середовище, її необхідно попередньо нейтралізувати розчинами оцтової кислоти або ацетату натрію за універсальним лакмусовим папірцем до рН = (7,0±0,5).

Якщо проба забарвлена, в мірній колбі на 100 см³ необхідно розвести дистильованою водою точно такий же об'єм проби і виміряти оптичну густину відносно дистильованої води. Отриману оптичну густину необхідно відняти від оптичної густини основного вимірювання.

Визначення концентрації нітритів у досліджуваній воді:

В мірну колбу на 100 см³ вносять об'єм аналізованої води відповідно до таблиці 6.2.

Таблиця 6.2 – Залежність об'єму проби від очікуваної концентрації нітрит-іонів

Діапазон масової концентрації нітрит-іонів, мг/дм ³	V _а , см ³
0,02–0,3	50
0,004–0,6	25
0,1–1,5	10
0,2–3	5
1–15	1

В колбу додають 1 см³ розчину сульфанілової кислоти, зміст ретельно перемішують протягом 5 хв., вносять піпетками 1 см³ розчину α -нафтиламіну, 1 см³ розчину ацетату натрію. Об'єм розчину доводять дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують зміст колби.

Через 10 хв вимірюють оптичну густину розчину по відношенню до розчину порівняння як при побудові градувального графіку на ФЕК із світлофільтром із максимальним пропусканням при довжині хвилі (540 ± 10) нм в кюветах із товщиною поглинаючого шару 50 мм.

Масову концентрацію нітритів у воді (С, мг/дм³) розраховують за

формулою:

$$C = \frac{m \times 1000}{V} \quad (6.1)$$

або

$$C = \frac{X \times 100}{V} \quad (6.2)$$

де m – маса нітрит-іонів, знайдена по градуовальному графіку, мг;

V – об'єм проби води, використаний на фотометричне вимірювання, см³;

X – масова концентрація нітрит-іонів, знайдена по градуовальному графіку, мг/дм³.

6.3.2 Визначення нітритів у воді за допомогою реактиву Грісса

У мірну колбу об'ємом 50 см³ наливають 25 см³ проби, розводять трохи дистильованою водою (10–15 см³), додають 2 см³ реактиву Грісса і доводять дистильованою водою до мітки. Вимірювання проводять через 30–40 хвилин.

Розчин реактиву Грісса готують наступним чином – 10 г сухого реактиву Грісса розчиняють у 100 см³ 12% розчину оцтової кислоти. Зберігають у темній пляшечці з притертою шийкою. Поява рудого забарвлення – ознака непридатності до розчину.

Побудова калібрувального графіку

Всі розчини, які необхідні для побудови градаційного графіка, повинні бути щойно приготовленими та з придатним терміном дії. Для аналізу використовується дистильована вода. Стандартний розчин повинен бути з придатним терміном дії. Концентрація стандартного розчину – 1 мг/см³, в 1 см³ міститься 0,001 мг нітритів. Тому 1 см³ розчину доводимо до 100 см³ дистильованою водою. Ретельно перемішуємо. 10 см³ цього розчину доводимо до 100 мл дистильованою водою. Ретельно перемішуємо.

Для побудови калібрувального графіка готуємо серію з 7 розчинів. Для цього нам необхідні колби об'ємом 50 см³. В кожну колбу вносимо послідовно 0; 1; 2; 3; 5; 10; 15 см³ щойно приготовленого розведеного стандартного розчину. Отримані розчини мають концентрації : 0; 0,001; 0,002; 0,003; 0,005; 0,01; 0,015 мг або 0; 0,02; 0,04; 0,06; 0,1; 0,2; 0,3 мг/дм³) та додаємо 2 см³ реактиву Грісса. Проби доводимо до позначки дистильованою водою та ретельно перемішуємо.

Через 35–40 хв. визначаємо оптичну густину на фотоколориметрі чи спектрофотометрі (довжина хвилі – 540 нм, кювета – 5 см).

За калібрувальним графіком визначають концентрацію нітритів у досліджуваній пробі води.

6.4 Висновки

Контрольні питання

1. Джерела забруднення води нітритами.
2. У чому полягає небезпека нітрит-іонів для організму людини?
3. Який метод застосовується для визначення нітритів у питній воді?

Лабораторна робота № 7

Визначення загального феруму в поверхневих водах

7.1 Мета: засвоїти методику визначення загального феруму з ортофенантроліном в поверхневих водах.

7.2 Короткі теоретичні відомості

Однією з найважливіших ланок у розв'язанні багатьох екологічних проблем є контроль за станом природного середовища. Для оцінки якості природних вод їх піддають фізико-хімічному аналізу. Останній поділяється на фізичні та хімічні визначення. При визначенні хімічних показників даються відповіді на питання, чи придатна вода для побутових і технічних потреб. Крім того, на основі співставлення результатів хімічного аналізу природних вод з вимогами, які пред'являються до очищеної води, судять про те, яким процесам очистки слід піддати природну воду для покращення її якості.

Специфічна проблема України – підвищений вміст у питній воді феруму, що значно перевищує норми, прийняті в європейських країнах. Гранично допустима концентрація йонів феруму у воді водойм і питній воді – $0,3 \text{ мг/дм}^3$. Невисокий вміст розчиненого кисню та високий рН води сприяють тому, що неорганічний ферум міститься, в основному, у формі Fe^{2+} (71% від загального його вмісту). Має місце також комплексоутворення: комплексоутворювачами виступають гумінові кислоти, які надають природним водам жовтуватого кольору. Питна вода з підвищеним вмістом феруму ($1\text{--}5 \text{ мг/дм}^3$) негативно впливає на шкіру людини та репродуктивну функцію організму, призводить до зниження артеріального тиску та ураження печінки, підвищує ризик інфаркту міокарда.

Фотометрія – один з основних методів визначення концентрації неорганічних забруднювачів води. Колориметричні визначення засновані на порівнянні поглинання чи пропускання світла стандартним і досліджуваним забарвленим розчинами. На практиці перевагу має фотоколориметрія, де для замірів використовують фотоелементи, оскільки візуальні заміри менш об'єктивні.

Для вимірювання оптичної густини речовини використовують фотометр фотоелектричний КФК-3 (рисунок 7.1).

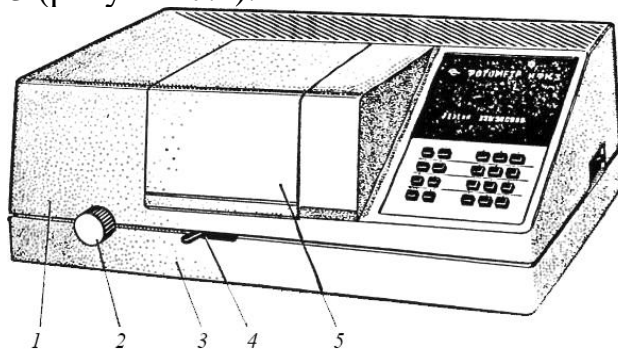


Рисунок 7.1 – Загальний вигляд фотометра

Принцип дії фотометра базується на порівнянні інтенсивності світлового потоку I_0 , який пройшов через розчинник чи контрольний розчин, по відношенню до якого проводять заміри, і інтенсивності світлового потоку I , який пройшов через досліджуване середовище.

Світлові потоки I_0 і I фотоприймачем перетворюються у електричні сигнали, які обробляються мікро-ЕОМ фотометра і відображаються на цифровому табло у вигляді коефіцієнта пропускання, оптичної густини, концентрації.

Нитка лампи 1 (рисунок 7.2) зображується конденсором 2 у площині діафрагми D_1 (0,8 · 4,0), заповнюючи щілину діафрагми. Далі, діафрагма D_1 зображується вигнутою дифракційною ґраткою 4 і вигнутим дзеркалом 5 у площині такої ж щілинної діафрагми D_2 (0,8·4,0). Дифракційна ґратка і дзеркало 5 створюють у площині діафрагми D_2 розтягнуту картину спектру. Повертаючи дифракційну ґратку навколо вісі паралельної штрихам ґратки, виділяють щілиною діафрагми D_2 випромінювання будь-якої довжини хвилі від 315 до 990 нм. Об'єктив 7, 8 створює у кюветному відділенні слабо сходячий пучок світла і формує збільшене зображення щілини D_2 перед лінзою 10. Лінза 10 зводить пучок світла на приймачі 11 у вигляді рівномірно освітленого світлового кола. Для зменшення впливу розсіяного світла в ультрафіолетовій області спектру, за діафрагмою D_1 розташовано світлофільтр 3, який працює у схемі при вимірюванні у спектральній області 315–400 нм, а потім автоматично відводиться.

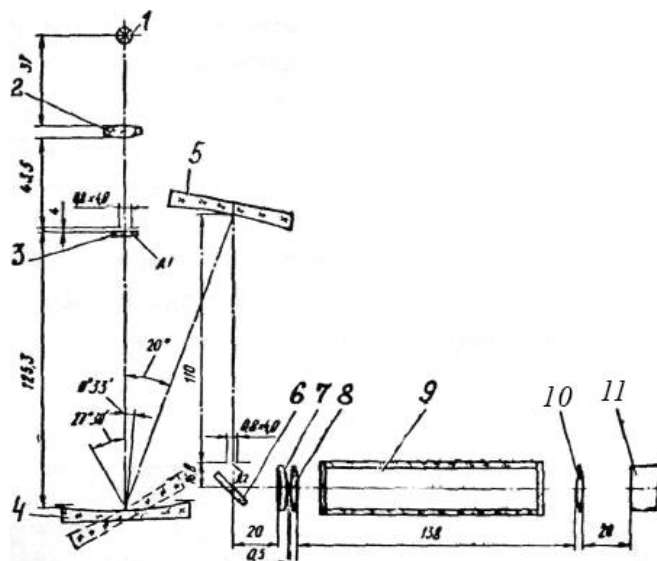


Рисунок 7.2 – Оптична принципова схема фотометру КФК-3

У кюветне відділення (між об'єктивом 7, 8 і лінзою 10) установлюються прямокутні кювети 9.

Порядок роботи на фотометрі КФК-3

- а) Підключити фотометр до мережі 220 В, 50/60 Гц і увімкнути тумблер «Мережа».
- б) Нажати клавішу «Пуск» – на цифровому табло з'явиться символ «Г»,

відповідне йому значення і значення довжини хвилі. Витримати фотометр 30 хвилин з відкритою кришкою.

в) Провести вимірювання та облік нульового відрахунку (n_0), нажавши клавішу «Нуль» (кришка кюветного відділення відкрита). На цифровому табло справа від мигтючої коми висвічується значення n_0 , зліва – символ «0». Значення n_0 повинно бути не менше 0,005 і не більше 0,200. Якщо n_0 відхиляється від заданих значень, треба добитися необхідного значення за допомогою резистора «Уст. 0» при нажатій клавіші «Нуль».

г) Встановити у кюветне відділення кювети з розчинником чи контрольним розчином (у дальнє гніздо кюветоутримувача), відносно якого проводиться вимірювання, і досліджуваним розчином (у ближнє гніздо кюветоутримувача).

д) У світловий пучок встановити кювету з розчинником – ручка 4 (рис. 7.1) повернута вліво до упору.

е) Встановити ручкою 2 довжину хвилі, на якій проводяться вимірювання розчину. Довжина хвилі висвітлюється на верхньому цифровому табло.

ж) При закритій кришці кюветного відділення нажати клавішу «Г». На нижньому цифровому табло зліва від мигтючої коми висвітлюється символ «Г». Нажати клавішу «П» чи «Е». Зліва від мигтючої коми висвітлюється відповідно символ «П» чи «Е», а справа – відповідно значення « $100,0 \pm 0,2$ » чи « $0,000 \pm 0,002$ », яке означає, що початковий відрахунок пропускання (100,0 %) чи оптичної густини (0,000) установився на фотометрі вірно. Якщо є відхилення, нажати клавіші «Т», «П», «Е» повторно через 3–5 секунд.

з) Відкрити кришку кюветного відділення і нажати клавішу «Нуль».

Закрити кришку, нажати клавішу «П» чи «Е».

і) Ручку 4 встановити до упору вправо, при цьому у світловий пучок вводиться кювета з досліджуваним розчином. Відрахунок на світловому табло справа від мигтючої коми відповідає коефіцієнту пропускання чи оптичної густини.

к) Повторити операції за п.п. (а-і) три рази, взяти середнє арифметичне значення величини, яку заміряють.

Фотометричне визначення загального феруму

Методика встановлює алгоритм визначення загального феруму (Fe^{2+}, Fe^{3+}) у незабарвлених та малозабарвлених очищених стічних та природних водах у діапазоні вмісту від 0,1 до 100 мг/дм³.

Метод базується на взаємодії йонів Fe^{2+} з о-фенантроліном з утворенням червоного комплексу з максимумом світлопоглинання при 510 нм. Відновлення Fe^{3+} до Fe^{2+} ведуть за допомогою гідроксиламіну. Забарвлення комплексу не залежить від рН у границях від 3 до 9 і воно стійке тривалий час.

Пропорційна залежність між світлопоглинанням та концентрацією феруму зберігається у діапазоні 0,05–2,0 мг/дм³ Fe^{2+} при аналізі у кюветі 10 або 50 мм. Спектрофотометр, або фотоелектроколориметр, на якому можна замірювати оптичну густину при 510 нм, прогривають 15 хвилин перед вимірюванням. Прилад має пройти держперевірку.

Визначенню йонів феруму цим методом перешкоджають манган, органічні сполуки, сильні окиснювачі, нітрити, поліфосфати, хром, цинк у концентраціях, які перевищують концентрацію феруму у 10 разів, мідь та кобальт у концентраціях вище 5 мг/дм³, нікель – вище 2 мг/дм³. Вісмут, кадмій, меркурій, аргентум та молібдат – йони осаджують фенантролін.

Усунення перешкоджаючого впливу деяких металів досягається додаванням надлишку орто-фенантроліну та підтриманням рН = 3,5 – 5,5.

При наявності органічних сполук, мангану, нітрит-йонів, хрому пробу попередньо обробляють 2 см³ концентрованої нітратної кислоти і 2 см³ концентрованої сульфатної кислоти, кип'ятять розчин до появи густої білої пари сульфатної кислоти. Потім розчин охолоджують до кімнатної температури і додають дистильовану воду для розчинення солей, що випали у осад.

У разі необхідності визначити валовий вміст йонів феруму у пробі в цілому, її консервують концентрованою хлоридною кислотою: 2 см³ на кожні 100 см³ проби; концентрованою нітратною кислотою: 2,5 см³ на кожні 100 см³ проби. При необхідності визначити розчинений ферум, пробу після відбору зразу фільтрують через мембранний фільтр (0,35–0,45 мкм) у колбу з концентрованою хлоридною кислотою по 1 см³ на кожні 100 см³ проби. Об'єм проби має бути 100–250 см³ у залежності від вмісту йонів феруму.

Цей метод не дає правильних результатів при великому вмісті нафтопродуктів, ПАР, лігніну.

Для проведення вимірювань за даною методикою готують такі розчини:

– **розчин о-фенантроліну:** 0,280 г ± 0,01 г моногідрату орто-фенантроліну (C₁₂H₈N₂H₂O) переносять у 100 см³ мірну колбу, розчиняють у дистильованій воді і об'єм доводять до позначки. Розчин зберігають у темній склянці, на холоді;

– **10%-й розчин солянокислого гідроксиламіну:** 10 г + 0,1 г солянокислого гідроксиламіну розчиняють у дистильованій воді і об'єм доводять до 100 см³;

– **буферний розчин:** 250 г і 0,1 г оцтовокислого амонію розчиняють у 150 см³ дистильованої води. Додають 70,0 см³ оцтової кислоти і доводять об'єм до 1 дм³ дистильованою водою;

– **основний розчин** для градування солі феруму готують одним з приведених варіантів.

Перший варіант. 5 см³ стандартного зразка з атестованим вмістом йонів феруму 1 мг/дм³ вносять у 50 см³ мірну колбу, доводять об'єм нітратною кислотою до позначки, 1 см³ розчину містить 0,1 мг йонів феруму. Розчин можна зберігати один місяць.

Другий варіант. 0,8634 залізоамонійного галуноу розчиняють у дистильованій воді, додають 2 см³ соляної кислоти густиною 1,19 г/дм³ і розводять дистильованою водою до 1 дм³. 1 см³ розчину містить 0,1 мг йонів феруму.

– **робочий розчин** солі феруму (для градування) готують у день проведення аналізу розведенням основного розчину у 10 разів. 1 см³ розчину

містить 0,010 мг йонів феруму.

– **0,1%-ний розчин** гідрохлориду орто-фенантроліну готують з $0,1 \text{ г} \pm 0,01 \text{ г}$ цієї речовини, розчиненої у 100 см^3 дистильованої води. Реактив зберігають у темній склянці з притертою пробкою, на холоді.

7.3 Експериментальна частина

Приготування розчинів для побудови градуювального графіка

У 150 см^3 стаканчики з термостійкого скла вносять 0,00; 0,10; 0,50; 1,00; 2,00; 5,00; 7,50; 10,00 см^3 робочого (для градуювання) розчину солі феруму, додають по 40 см^3 дистильованої води та 1 см^3 10%-го розчину гідроксил аміну, доводять рН розчину до 2 (за індикаторним універсальним папером), додаючи краплями концентровану хлоридну кислоту. Розчини кип'ятять до зменшення об'єму на 1/3. Після охолодження кількісно переносять розчини у мірні 50 см^3 колби, додають по 2 см^3 розчину о-фенантроліну, 10 см^3 ацетатно-амонійного буферу, доводять до позначки дистильованою водою і через 10–15 хв. вимірюють світлопоглинання при 510 нм, або зі відповідним світлофільтром у кюветах 10 або 50 мм проти дистильованої води. Кювети після попереднього аналізу промивають етиловим спиртом і обполіскують дистильованою водою; за необхідності обробляють хромовою сумішшю і ретельно обполіскують дистильованою водою.

Побудова градуювального графіка

Вимірюють оптичну густину градуювальних розчинів і холостої проби за допомогою фотоелектроколориметра, підготовленого відповідно до вимог у паспорті, з використанням довжини хвилі 510 нм для КФК-3 або світлофільтру 440 нм для КФК-2 (розчин порівняння – вода безаміачна). Для кожного значення масової концентрації виконують по п'ять паралельних вимірювань оптичної густини відповідно до кількості градуювальних розчинів у серії.

При побудові графіка від заміряного значення віднімають значення оптичної густини холостого розчину (цей розчин майже завжди слабо забарвлений, бо навіть дуже чисті реактиви часто-густо містять домішки йонів феруму).

Градуювальний графік будують у координатах: **оптична густина – вміст йонів феруму, $\text{мг}/\text{дм}^3$** , з урахуванням поправки на холосту пробу. Вміст феруму перераховують, прийнявши до відома, що 1 см^3 робочого розчину містить 0,010 мг феруму.

Одержані результати записують у таблицю 7.1.

Таблиця 7.1 – Результати досліджу

Об'єм робочого розчину, см^3	Концентрація йонів феруму, $\text{мг}/\text{дм}^3$	D	$D - D_x$

Виконання вимірювань для проби води

Відбирають 50 см³ перемішаної або профільтрованої проби, що аналізують, або менший об'єм у залежності від припущення вмісту йонів феруму. При необхідності проводять пробопідготовку, приливають 1 см³ 10%-го розчину гідрохлориду гідроксиламіну і кип'ятять до зменшення об'єму приблизно на половину. Пробу охолоджують і, при необхідності, фільтрують у 50 см³ мірну колбу. Додають 10 см³ ацетатно-амонійного буферного розчину та 2 см³ розчину о-фенантроліну і доводять до позначки дистильованою водою. Ретельно перемішують і залишають на 10–15 хвилин до повного розвитку забарвлення. Одночасно проводять холосте визначення.

Оптичну густину отриманого розчину заміряють при 510 нм, або зі світлофільтром у кюветі 10 або 50 мм проти дистильованої води.

Якщо проба перед додатком буфера була дуже кисла, то після додатку треба перевірити рН і при необхідності довести концентрованим аміаком водним до рН~2,0.

Обчислення результатів вимірювання

Вміст йонів феруму ρ , мг/дм³ у пробі води обчислюють за формулою:

$$\rho = \rho^* \cdot 50/V, \dots\dots\dots (7.4)$$

де ρ^* – концентрація йонів феруму, знайдена за градууювальним графіком, мг/дм³;

V – об'єм води, взятої для аналізу, см³.

7.4 Висновки

Контрольні питання

1. Який метод визначення загального феруму в поверхневих і стічних водах застосований у лабораторній роботі?
2. Який прилад використовували для проведення аналізу.
3. Поясніть принцип визначення загального феруму у стічних водах фотометричним методом.
4. Навіщо будують градууювальні графіки?
5. Яка якісна реакція лежить в основі визначення феруму?

РЕКОМЕНДОВАНА ЛІТЕРАТУРА

1. Айрапетян, Т.С. Конспект лекцій з дисципліни «Особливості промислового водопостачання» / Т.С. Айрапетян. – Х.: ХНУМГ, 2014. – 87 с.
2. Запольський А.К. Водопостачання, водовідведення та якість води / А.К. Запольський. – К.: Вища школа, 2005. – 671 с.
3. Іванченко, Л.В. Хімія і технологія води: навч. посіб. / Л.В. Іванченко, В.Я. Кожухар, В.В. Брем. – Одеса : Екологія, 2017. – 208 с.
4. Методи контролю якості харчової продукції: навч. посіб. Ч. 2 / О.І. Черевко [та інш.]. – Х.: ХДУХТ, 2008. – 242 с.
5. Орлов, В.О. Технологія підготовки питної води: навч. посіб. / В.О. Орлов, А.М. Орлова, В.О. Зошук. – Рівне: НУВГП, 2010. – 176 с.
6. Орлова, А.М. Водопідготовка: інтерактивний комплекс навчально-методичного забезпечення / А.М. Орлова, В.О. Орлов. – Рівне: НУВГП, 2009. – 182 с.
7. Рибалова, О.В. Водопостачання та водовідведення: курс лекцій / О.В. Рибалова. – Х: НУЦЗУ, 2017. – 195 с.
8. Технологія та обладнання одержання питної та технічної води. Практикум. Частина 1. [Електронний ресурс]: навчальний посібник для студ. спеціальності 161 «Хімічні технології та інженерія», спеціалізації «Хімічні технології неорганічних речовин та водоочищення» / Н.М. Толстопалова, М.І. Літинська, Т.І. Обушенко. – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2019. – 101 с.
9. Харчові технології у прикладах і задачах: підручник / Л.Л. ТОВАЖНЯНСЬКИЙ [та інш.]. – К.: Центр учбової літератури, 2008. – 576 с.
10. Cheremisinoff, N.P. Handbook of water and wastewater treatment technologies / N.P. Cheremisinoff. – В.: Butterworth-Heinemann, 2002. – 645 p.
11. Senior, D. Technology of bottled water / D. Senior, N. Dege. – Second Edition. – UK.: Blackwell Publishing, 2005 – 411 p.

Допоміжна

1. Брик, М.Т. Питна вода і мембранні технології (огляд) / М.Т. Брик // Наукові записки. – Том 18. Хімічні науки. – 2000. – С. 1 – 24.
2. Перспективи майбутнього та реалії сьогодення в технологіях водопідготовки: матеріали II Міжнародної науково-практичної конференції, м. Київ, 19–20 квітня 2018 р. / Національний університет харчових технологій; редкол.: А.І. Українець [та інш.]. – К.: НУХТ, 2018. – 215 с.
3. Технологія та обладнання одержання питної та технічної води: фізико-хімічні основи і алгоритми розрахунків процесів водопідготовки: навч. посіб. / Н.М. Толстопалова [та інш.]. – Київ: КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2018. – 130 с.
4. Третя науково-практична конференція з міжнародною участю «Вода в харчовій промисловості»: Збірник матеріалів Третьої науково-практичної

конференції / Одеська національна академія харчових технологій; редкол.:
Б.В. Єгоров (гол. ред.) [та інш.]. – Одеса: ОНАХТ, 2012. – 192 с.

Правила роботи в лабораторії і техніка безпеки

При роботі в лабораторії слід неухильно виконувати правила роботи і дотримуватися техніки безпеки.

Загальні правила

1. Ретельно готуватися до роботи в лабораторії.
2. Стисло записувати у журналі усі спостереження, зроблені під час експерименту.
3. При дослідженнях звертати увагу на всі особливості і деталі досліджуваного процесу.
4. Усі склянки з реактивами закривати пробками і ставити на постійні, відведені для них місця.
5. Перед роботою перевірити, щоб скляний посуд був без тріщин і чистий. Забороняється нагрівати на плитці або у полум'ї пальника вимірювальний та товстостінний скляний посуд.
6. Не брати зайвих у кількість реактивів, а якщо це випадково трапиться, не виливати надлишок у загальну склянку (щоб не забруднювати реактив у склянці).
7. Усі операції з леткими та шкідливими речовинами проводити лише у витяжній шафі.
8. Забороняється куштувати на смак і нюхати хімічні речовини.
9. Завжди оберігатись від попадання на руки, обличчя, а також одяг шкідливих речовин (кислот, лугів та ін.), для чого користуватися окулярами, халатом та гумовими рукавичками.
10. Робочі місця завжди тримати у чистому і охайному стані. Увесь посуд після роботи необхідно вимити, висушити і віддати лаборантові або покласти у шафу хімічного стола.
11. Забороняється зливати кислоти і органічні розчинники у раковину. Ці залишки необхідно зливати у спеціально відведений посуд.
12. Забороняється приливати концентровані кислоти до концентрованих лугів і навпаки. До здійснення нейтралізації їх необхідно розбавити водою.
13. При вмиканні у мережу електронагрівних приладів руки повинні бути сухими. Слід пам'ятати, що електричний струм напругою 127–220 В небезпечний для життя.
14. Вимкнути після роботи електронагрівні прилади, загасити газові пальники, перевірити, чи добре закручені водопровідні крани.
15. Не входити до лабораторії у верхньому одязі, не класти на хімічні столи портфелі, валізки та інші непотрібні для хімічного дослідження речі.
16. При опіку полум'ям, кислотами, лугами і при отруєнні реактивами або газом слід негайно повідомити викладача або лаборанта.

Протипожежні заходи

1. Кожний, хто працює в лабораторії, повинен знати, де розміщені засоби пожежотушіння, і уміти ними користуватися.

Необхідно знати, де знаходяться кошма-ковдра із азбесту, листовий азбест, сухий пісок, вогнегасники і пожежний водяний стояк.

2. При виникненні спалаху у витяжній шафі, необхідно відключити тягу, на магістралі перекрити газовий кран і вимкнути рубильник, а потім приступити до ліквідації осередку (вогнища) спалаху.

3. Якщо спалахнув одяг, необхідно негайно накрити потерпілого кошмою і облити його водою.

4. При появі запаху газу не можна (забороняється!) запалювати вогонь в лабораторії. У випадку спалаху газу за рахунок негерметичності деталей і арматури на газопроводі, негайно перекрити вентиль подачі газу до робочого столу.

5. Електричні плитки, газові пальники і інші нагрівні прилади необхідно розміщувати на керамічних плитках або інших ізоляційних матеріалах.

Перша допомога при опіках і порізах

1. У випадку попадання в очі бризок розчинів слід негайно промити їх великою кількістю води і звернутися до лікаря.

2. При попаданні на тіло безпосередньо або через одяг кислот або лугів, потрібно негайно зняти одяг і промити струменем води місто опіку.

3. При порізах склом перш за все слід переконатися, що у рані немає залишків скла. Невеликий поріз кисті руки слід змастити йодною настоянкою, при великих порізах змащуються йодною настоянкою краї порізів, а кровотечу зупиняють застосуванням 10 %-ного розчину заліза (Ш) хлориду або 3 %-ним розчином пероксиду водню. Для перев'язування порізу застосовуються стерилізовані перев'язочні матеріали (бинт, марля, вата).

Примітка: Кожний, хто працює в лабораторії, повинен знати, де знаходиться аптечка і уміти застосовувати потрібні засоби для надання першої допомоги потерпілому. В усіх випадках після надання першої допомоги потерпілого необхідно направити до медпункту.

4. При опіках водяною парою, від зіткнення з гарячими предметами, бризками гарячої води чи розчинників змащують уражене місце 5-10%-ним розчином калію перманганату і накладають стерильну пов'язку.

5. При попаданні на шкіру кислот або лугів негайно обмивають уражене місце великою кількістю води, потім 3%-ним розчином NaHCO_3 (у випадку кислоти) та 3%-ним розчином CH_3COOH чи присипають борною кислотою (у випадку лугу).

Таблиця Б.1 – Санітарно-хімічні показники безпечності та якості питної води (ДСанПіН 2.2.4-171-10)

N з/п	Найменування показників	Одиниці виміру	Нормативи для питної води		
			водопровідної	з колодязів та каптажів джерел	фасованої, з пунктів розливу та бюветів
1	2	3	4	5	6
1. Органолептичні показники					
1	Запах: при t 20° С при t 60° С	бали	≤ 2 ≤ 2	≤ 3 ≤ 3	≤ 0 (2) ⁴ ≤ 1 (2) ⁴
2	Забарвленість	градуси	≤ 20 (35) ¹	≤ 35	≤ 10 (20) ⁴
3	Каламутність	нефелометрична одиниця каламутності (1 НОК = 0,58 мг/дм ³)	≤ 1,0 (3,5) ¹ ≤ 2,6 (3,5) ¹ - для підземного вододжерела	≤ 3,5	≤ 0,5 (1,0) ⁴
4	Смак та присмак	бали	≤ 2	≤ 3	≤ 0 (2) ⁴
2. Фізико-хімічні показники					
а) неорганічні компоненти					
5	Водневий показник	одиниці рН	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5	6,5 - 8,5 (≥ 4,5) ⁵
6	Діоксид вуглецю	%	не визначається	не визначається	0,2 - 0,3 - для слабогазованої 0,31 - 0,4 - для середньогазованої > 0,4 - для сильногазованої
7	Залізо загальне	мг/дм ³	≤ 0,2 (1,0) ¹	≤ 1,0	≤ 0,2
8	Загальна жорсткість	ммоль/дм ³	≤ 7,0 (10,0) ¹	≤ 10,0	≤ 7,0
9	Загальна лужність	ммоль/дм ³	не визначається	не визначається	≤ 6,5
10	Йод	мкг/дм ³	не визначається	не визначається	≤ 50
11	Кальцій	мг/дм ³	не визначається	не визначається	≤ 130
12	Магній	мг/дм ³	не визначається	не визначається	≤ 80
13	Марганець	мг/дм ³	≤ 0,05 (0,5) ¹	≤ 0,5	≤ 0,05
14	Мідь	мг/дм ³	≤ 1,0	не визначається	≤ 1,0
15	Поліфосфати (за PO ₄ ³⁻)	мг/дм ³	≤ 3,5	не визначається	≤ 0,6 (3,5) ⁴

Продовження таблиці Б.1

1	2	3	4	5	6
16	Сульфати	мг/дм ³	≤ 250 (500) ¹	≤ 500	≤ 250
17	Сухий залишок	мг/дм ³	≤ 1000 (1500) ¹	≤ 1500	≤ 1000
18	Хлор залишковий вільний	мг/дм ³	≤ 0,5	≤ 0,5	< 0,05
19	Хлориди	мг/дм ³	≤ 250 (350) ¹	≤ 350	≤ 250
20	Цинк	мг/дм ³	≤ 1,0	не визначається	≤ 1,0
б) органічні компоненти					
21	Хлор залишковий зв'язаний	мг/дм ³	≤ 1,2	≤ 1,2	< 0,05
3. Санітарно-токсикологічні показники					
а) неорганічні компоненти					
22	Алюміній**	мг/дм ³	≤ 0,20 (0,50) ²	не визначається	≤ 0,1
23	Амоній	мг/дм ³	≤ 0,5 (2,6) ¹	≤ 2,6	≤ 0,1 (1,2) ^{1, 4}
24	Діоксид хлору	мг/дм ³	≥ 0,1	не визначається	не визначається
25	Кадмій**	мг/дм ³	≤ 0,001	не визначається	≤ 0,001
26	Кремній**	мг/дм ³	≤ 10	не визначається	≤ 10
27	Миш'як**	мг/дм ³	≤ 0,01	не визначається	≤ 0,01
28	Молібден**	мг/дм ³	≤ 0,07	не визначається	≤ 0,07
29	Натрій**	мг/дм ³	≤ 200	не визначається	≤ 200
30	Нітрати (по NO ₃)	мг/дм ³	≤ 50,0	≤ 50,0	≤ 10 (50) ⁴
31	Нітрити**	мг/дм ³	≤ 0,5 (0,1) ³	≤ 3,3	≤ 0,5 (0,1) ⁷
32	Озон залишковий	мг/дм ³	0,1 - 0,3	не визначається	не визначається
33	Ртуть*	мг/дм ³	≤ 0,0005	не визначається	≤ 0,0005
34	Свинець**	мг/дм ³	≤ 0,010	не визначається	≤ 0,010
35	Срібло**	мг/дм ³	не визначається	не визначається	≤ 0,025

Продовження таблиці Б.1

1	2	3	4	5	6
36	Фториди**	мг/дм ³	для кліматичних зон: IV ≤ 0,7 III ≤ 1,2 II ≤ 1,5	≤ 1,5	≤ 1,5 ⁶ для кліматичних зон: IV ≤ 0,7 III ≤ 1,2 II ≤ 1,5
37	Хлорити	мг/дм ³	≤ 0,2	не визначається	не визначається
б) органічні компоненти					
38	Поліакриламід** залишковий	мг/дм ³	≤ 2,0	не визначається	< 0,2
39	Формальдегід**	мг/дм ³	≤ 0,05	не визначається	≤ 0,05
40	Хлороформ**	мкг/дм ³	–	не визначається	≤ 6
в) інтегральний показник					
41	Перманганатна окиснюваність	мг/дм ³	–	≤ 5,0	≤ 2,0 (5,0) ⁴

1 Норматив, зазначений у дужках, має право використовувати підприємство питного водопостачання до 1 січня 2022 року в окремих випадках, пов'язаних з особливими природними умовами та технологією підготовки питної води, що не дозволяє довести якість питної води до жорсткішого нормативу, про що повинно бути зазначено у технологічному регламенті або іншому документі з описом технологічного процесу виробництва питної води.

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

3 Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для обробленої питної води, крім обробленої методом хлорування з преамонізацією.

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

5 рН для газованої питної води.

6 Норматив встановлюється виключно для питної води фасованої. Для питної води з пунктів розливу та бюветів норматив встановлюється за кліматичними зонами.

7 Норматив, зазначений у дужках, встановлюється для негазованої питної води.

* Речовини I класу небезпеки.

** Речовини II класу небезпеки.

Примітки:

1. У водопровідній питній воді визначаються:

хлороформ - якщо питна вода з поверхневих вододжерел;

хлор залишковий вільний та зв'язаний, озон, поліакриламід – у разі застосування в процесі водопідготовки відповідних реагентів;

формальдегід – у разі озонування води в процесі водопідготовки;

діоксид хлору та хлорити – у разі обробки води діоксидом хлору в процесі водопідготовки.

2. У питній воді фасованій, з пунктів розливу та бюветів визначаються:

хлороформ та хлор залишковий – якщо вода хлорується в процесі водопідготовки або

використовується хлорована вихідна вода;

формальдегід – у разі озонування води в процесі водопідготовки або якщо використовується озонована вихідна вода;

срібло та діоксид вуглецю – у разі застосування в процесі водопідготовки відповідних реагентів чи речовин;

поліакриламід – у разі використання в процесі водопідготовки водопровідної питної води з поверхневого джерела питного водопостачання.

Таблиця Б.2 – Санітарно-хімічні показники безпечності та якості питної води за токсичними речовинами (ДСанПіН 2.2.4-171-10)

N з/п	Найменування показників	Одиниці виміру	Нормативи для питної води		
			водопровідної	з колодязів та каптажів джерел	фасованої, з пунктів розливу та бюветів
1	2	3	4	5	6
1. Фізико-хімічні показники					
органічні компоненти					
1	Нафтопродукти	мг/дм ³	≤ 0,1	не визначається	<0,01
2	Поверхнево активні речовини аніонні	мг/дм ³	≤ 0,5	не визначається	< 0,05
2. Санітарно-токсикологічні показники					
а) неорганічні компоненти					
3	Кобальт**	мг/дм ³	≤ 0,1	не визначається	≤ 0,1
4	Нікель	мг/дм ³	≤ 0,02	не визначається	≤ 0,02
5	Селен**	мг/дм ³	≤ 0,01	не визначається	≤ 0,01
6	Хром загальний	мг/дм ³	≤ 0,05	не визначається	≤ 0,05
б) органічні компоненти					
7	Бенз(а)пірен*	мкг/дм ³	≤ 0,005	не визначається	< 0,002
8	Дибромхлорметан**	мкг/дм ³	≤ 10	не визначається	≤ 1
9	Пестициди ^{1, 2}	мг/дм ³	≤ 0,0001	не визначається	≤ 0,0001
10	Пестициди ^{1, 3} (сума)	мг/дм ³	≤ 0,0005	не визначається	≤ 0,0005
11	Тригалогенметани ⁴ (сума)	мкг/дм ³	≤ 100	не визначається	≤ 10 ²
12	Хлороформ**	мкг/дм ³	≤ 60	–	–
в) інтегральний показник					
13	Перманганатна окиснюваність	мг/дм ³	≤ 5,0	–	–

1 Пестициди включають органічні інсектициди, органічні гербіциди, органічні фунгіциди, органічні нематоциди, органічні акарициди, органічні альгіциди, органічні родентициди, органічні слімициди, споріднені продукти (серед них регулятори росту) та їх метаболіти, продукти реакції та розпаду. Перелік пестицидів, що визначаються у питній воді, встановлюється в кожному конкретному випадку та повинен включати тільки ті пестициди, що можуть знаходитись в джерелі питного водопостачання.

2 Норматив для кожного окремого пестициду. У разі наявності в джерелі питного водопостачання алдрину, діелдрину, гептахлориду та гептахлорепоксиду їх вміст у питній воді повинен становити не більше ніж 0,03 мкг/куб.дм для кожної з цих речовин.

3 Сума пестицидів визначається як сума концентрацій кожного окремого пестициду.

4 Сума тригалогенметанів визначається як сума концентрацій хлороформу, бромформу, дибромхлорметану та бромдихлорметану.

* Речовини I класу небезпеки.

** Речовини II класу небезпеки.

Примітка. Тригалогенметани та дибромхлорметан визначаються у водопровідній питній воді з поверхневих вододжерел, а також у питній воді фасованій, з пунктів розливу та бюветів – у разі якщо вода хлорується в процесі водопідготовки або використовується хлорована вихідна вода.

Таблиця Б.3 – Санітарно-хімічні показники безпечності та якості питної води

N з/п	Найменування показників	Одиниці виміру	Нормативи для питної води		
			водопровідної	з колодязів та каптажів джерел	фасованої, з пунктів розливу та бюветів
1	2	3	4	5	6
1. Фізико-хімічні показники					
органічні компоненти					
1	Феноли леткі	мг/дм ³	≤ 0,001	не визначається	< 0,0005
2	Хлорфеноли	мг/дм ³	≤ 0,0003	не визначається	≤ 0,0003
2. Санітарно-токсикологічні показники					
а) неорганічні компоненти					
3	Берилій*	мг/дм ³	≤ 0,0002	не визначається	≤ 0,0002
4	Бор**	мг/дм ³	≤ 0,5	не визначається	≤ 0,5
5	Стронцій**	мг/дм ³	≤ 7,0	не визначається	≤ 7,0
6	Сурма**	мг/дм ³	≤ 0,005	не визначається	≤ 0,005
7	Ціаніди**	мг/дм ³	≤ 0,050	не визначається	≤ 0,050
б) органічні компоненти					
8	Бензол**	мг/дм ³	≤ 0,001	не визначається	≤ 0,001
9	1,2 - дихлоретан**	мкг/дм ³	≤ 3	не визначається	≤ 0,3
10	Тетрахлорвуглець**	мкг/дм ³	≤ 2	не визначається	≤ 0,2
11	Трихлоретилен** та тетрахлоретилен** (сума)	мкг/дм ³	≤ 10	не визначається	≤ 1
в) інтегральний показник					
12	Загальний органічний вуглець	мг/дм ³	≤ 8,0***	не визначається	≤ 3,0

* Речовини I класу небезпеки.

** Речовини II класу небезпеки.

*** Не визначається на підприємствах питного водопостачання з об'ємом виробництва питної води менше 10000 куб.м на добу.

Примітки:

1. 1,2-дихлоретан, тетрахлорвуглець, трихлоретилен та тетрахлоретилен (сума) визначаються у водопровідній питній воді з поверхневих вододжерел, а також у питній воді фасованій, з пунктів розливу та бюветів - у разі якщо вода хлорується в процесі водопідготовки

або використовується хлорована вихідна вода.

2. Загальний органічний вуглець може визначатись замість перманганатної окиснюваності.

Продовження додатку Б

Таблиця Б.4 – Показники фізіологічної повноцінності мінерального складу питної води (ДСанПіН 2.2.4-171-10)

№ з/п	Найменування показників	Одиниці виміру	Нормативи	Методики визначення згідно з
1	Загальна жорсткість	ммоль/дм ³	1,5–7,0	п. 4
2	Загальна лужність	ммоль/дм ³	0,5–6,5	п. 41
3	Йод	мкг/дм ³	20–30	п. 43
4	Калій	мг/дм ³	2–20	п. 26
5	Кальцій	мг/дм ³	25–75	п. 45
6	Магній	мг/дм ³	10–50	п. 45
7	Натрій	мг/дм ³	2–20	п. 45
8	Сухий залишок	мг/дм ³	200–500	п. 12
9	Фториди	мг/дм ³	0,7–1,2	п. 8

Таблиця Б.5 – Показники якості води за класами

Назви показників	Показники якості води джерела за класами		
	1	2	3
1	2	3	4
Підземні джерела			
Мутність, мг/дм ³ , не більше	1,5	1,5	10,0
Кольоровість, градуси, не більше	20	20	50
рН	6–9	6–9	6–9
Залізо, (Fe)мг/дм ³ , не більше	0,3	10	20
Марганець (Mn), мг/дм ³ , не більше	0,1	1	2
Сірководень (H ₂ S),мг/дм ³ , не більше	Відсутність	3	10
Фтор (F),мг/дм ³ , не більше (залежно від кліматичного району)	1,5–0,7	1,5–0,7	5
Перманганатна окиснювальність мг О/дм ³ , не більше	2	5	15
Кількість бактерій групи кишкових паличок, в 1дм ³ , не більше	3	100	1000
Поверхневі джерела			
Мутність, мг/дм ³ , не більше	20	1500	10 000
Колірність, градуси, не більше	35	120	200
Запах при 20°С і 60°С, бали, не більше	2	3	4
рН	6,5–8,5	6,5–8,5	6,5–8,5

Продовження таблиці Б.5

1	2	3	4
Ферум, (Fe)мг/дм ³ , не більше	1	3	5
Манган (Mn), мг/дм ³ , не більше	0,1	1	2
Фітопланктон, мг/дм ³ , не більше кл/см ³ , не більше(кількість одноклітинних організмів оцінюється в кл/см ³ , нитчастих і плівкових – в мг/дм ³)	1 000	100 000	100 000
Перманганатна окиснювальність мг О/дм ³ , не більше	7	15	20
БПК повна мг О ₂ /дм ³ , не більше	3	5	7
Кількість лактоз опозитивних кишкових паличок в 1дм ³ води, не більше	1000	10 000	50 000

Таблиця Б.6 – Санітарно-хімічні показники безпечності водойм

Забруднюючі речовини у воді водних об'єктів, мг/дм ³	Водойми культурно-побутового/ господарсько-питного призначення			Водойми рибогосподарського призначення		Вода питна ГОСТ 2874-82
	ГДКв, мг/дм ³	ЛПШ	Клас небезп.	ГДКрг, мг/дм ³	ЛПШ	
1	2	3	4	5	6	7
Біохімічна потреба кисню, мг О ₂ /дм ³ , (повна при 20°С)	6,0/3,0	–	–	3,0	–	
ХПК	30/15	–	–	–	–	
Розчинний кисень	4,0/4,0	–	–	літ.6,0 зим.4,0	–	
Завислі частинки (допустимі збільшення після скиду стічних вод)	+0,75/ +0,25	–	–	+0,75	–	
Амоній солевий (NH ₄ ⁺)	–	–	–	0,5	–	
Нітрит-йони	3,3/3,3	с.-т.	2	0,08	т.	3,3
Нітрат-йони	45/45	с.-т.	3	40	с.-т.	45
Загальна мінералізація	1000	–	–	–	–	1000
Хлориди	-/350	орг.	4	300	с.-т.	350
Фосфати	3,5/3,5			0,17		3,5
Роданіди	0,1/0,1	с.-т.	2	0,05	т.	
СПАВ	0,5/0,5	орг.	4	0,1	с.-т.	
Ацетон	2,2	заг.	3	0,005	т.	
Бензол	0,5	с.-т.	2	0,5	т.	
Нафтопродукти	0,3	орг.	3	0,05	рг.	

Продовження таблиці Б.6

1	2	3	4	5	6	7
Сполуки мангану	0,1/0,1	орг.	3	0,01	т.	0,1
Сполуки ртуті	0,0005	с.-т.	1	відсут.	-	
Сполуки свинцю	0,03	с.-т.	2	0,1	т.	
Сполуки заліза	0,3/0,3	орг.	3	0,1	т.	0,3
Сполуки хрому (VI)	0,05	с.-т.	3	0,001	с.-т.	
Сполуки цинку	1,0	заг.	3	0,01	с.-т.	
Сульфати	500	орг.	4	100	орг.	500
Фенол	0,001	орг.	3	0,001	рг.	
Формальдегід	0,05	с.-т.	2	0,05	т.	
Ціаніди	0,1	с.-т.	2	0,05	т.	
Твердість						7,0

Підготовка активованого вугілля до роботи

Свіжу порцію активованого вугілля (біле активоване вугілля) або ту, яка уже була раніше використана, перед роботою кип'ятять з розчином кислоти хлоридної (1:3) протягом 2 годин. У випадку появи сильного забарвлення кислоти хлоридної операцію повторюють до тих пір, поки шар кислоти над вугіллям не стане безбарвним. Потім вугілля відмивають водою дистильованою до нейтральної реакції і заливають розчином натрію гідроксиду (2 моль/дм^3) на 8 годин. Якщо після цього шар розчину натрію гідроксиду став забарвленим, вугілля заливають свіжою порцією лугу, і так до повного знебарвлення. Після цього вугілля відмивають до нейтральної реакції і зберігають під шаром води дистильованої.

Після пропускання кожної проби води колонку з активованим вугіллям промивають розчином натрію гідроксиду з молярною концентрацією $0,1 \text{ моль/дм}^3$ до зникнення кольору елюату і відмивають водою дистильованою до нейтральної реакції.