

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ЛЬВІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ВЕТЕРИНАРНОЇ  
МЕДИЦИНИ ТА БІОТЕХНОЛОГІЙ ІМЕНІ С.З. ГЖИЦЬКОГО

КАФЕДРА ВОДНИХ БІОРЕСУРСІВ ТА АКВАКУЛЬТУРИ

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ ДО ВИКОНАННЯ  
ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ З ГІДРОХІМІЇ**

для студентів денної та заочної форми навчання спеціальності  
207«Водні біоресурси та аквакультура»

**Львів - 2021**

Уміщено теоретичні основи та методичні пояснення до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Гідрохімія», які допоможуть закріпити і повторити фактичний матеріал.

Для студентів денної та заочної форми навчання за спеціальністю 207«Водні біоресурси та аквакультура»

Укладач: Кравець С.І.

Рецензенти:

О. Я. Думич – кандидат біологічних наук, доцент

А. Я. Тучапська – кандидат с.-г. наук, науковий співробітник

Рішення про доцільність публікації методичних вказівок прийнято на засіданні кафедри водних біоресурсів та аквакультури протокол № 6 від 19 квітня 2021 р. Затверджені на засіданнях методичної комісії спеціальності протокол № 9 від 29 квітня 2021 р. та біолого-технологічного факультету 13 травня 2021 р. протокол № 6 Львівського національного університету ветеринарної медицини імені С.З Гжицького.

© Кравець С.І.

## Зміст

Загальні вимоги до відбору проби води для хімічного аналізу	4
Лабораторна робота № 1. Визначення прозорості природних вод	5
Лабораторна робота № 2. Визначення кольоровості природних вод	6
Лабораторна робота № 3. Активна реакція (рН) природних вод	7
Лабораторна робота № 4. Визначення розчиненого у воді кисню	8
Лабораторна робота № 5. Визначення у воді вільної вугільної кислоти	11
Лабораторна робота № 6. Визначення у воді вмісту бікарбонатів	13
Лабораторна робота № 7. Визначення у воді вмісту карбонатів	14
Лабораторна робота № 8. Визначення жорсткості води	15
Лабораторна робота № 9. Визначення лужності води	17
Лабораторна робота № 10. Визначення вмісту фосфатів у воді	17
Лабораторна робота № 11. Визначення вмісту нітратів у воді	18
Лабораторна робота № 12. Визначення вмісту нітритів у воді	20
Лабораторна робота № 13. Визначення вмісту амонійного азоту у воді	21
Лабораторна робота № 14. Визначення вмісту загального азоту у воді	23
Лабораторна робота № 15. Визначення біохімічного споживання кисню (БСК) у воді	24
Лабораторна робота № 16. Перманганатна окиснюваність води	25
Лабораторна робота №17. Біхроматна окиснюваність води	28
Лабораторна робота № 18. Визначення вмісту органічного азоту у воді	30
Лабораторна робота № 19. Визначення вмісту органічного вуглецю у воді	32
Список рекомендованої літератури	33

## Загальні вимоги до відбору проби води для хімічного аналізу

Відбір проби води – важлива складова частина її аналізу, необхідна умова правильності результатів і застосування їх на практиці. Помилки, зроблені внаслідок неправильного відбору проби, надалі виправити не можна.

Кількість проби (об'єм), яку необхідно відібрати, залежить від числа визначуваних у ній компонентів. Для відбору й зберігання проб найчастіше використовують скляні бутлі з прозорого безбарвного, хімічно стійкого скла. Якщо потрібен особливо міцний і хімічно стійкий матеріал, то користуються поліетиленовими бутлями з пробками, що загвинчуються. Для основної проби звичайно беруть бутель місткістю 1,0–2,0 л. Попередньо його вимивають концентрованою соляною кислотою (для знежирення використовують синтетичні мийні речовини), ретельно ополіскують дистильованою водою і пропарюють.

Перш ніж узяти пробу води, посуд слід обполоснути кілька разів водою, що підлягає відбору. На бутлі, наповнені досліджуваною водою, наклеюють етикетки, номери бутлів записують у журнал.

У більшості випадків пробу беруть прямо в бутель (з поверхні водоймища). Іноді необхідно взяти пробу з певної глибини, не змішуючи її з водою інших шарів. Для цього існують такі пристосування, як батометри.

Якщо аналіз деяких речовин у пробі неможливий зразу ж після відбору, пробу консервують. Це потрібно для збереження властивостей води і компонентів. Універсального консервувального засобу не існує, тому консервацію проб необхідно здійснювати конкретно для кожного компонента води.

Існує певна послідовність дій у ході гідрохімічної роботи безпосередньо біля досліджуваного поверхневого водного об'єкта, якої необхідно дотримуватися.

У разі узяття проби з поверхні водойми:

- 1) визначаються прозорість і колір води за допомогою диска Секкі і шкали кольоровості (тільки під час дослідження озер);
- 2) встановлюють температуру води;
- 3) зачерпують пробу води;
- 4) визначають вміст у воді іонів водню (рН), двооксиду вуглецю ( $\text{CO}_2$ ), карбонатних іонів ( $\text{CO}_3^{2-}$ ) і фіксують кисень;
- 5) наповнюють водою пляшки (об'ємом 1 л) для подальшого аналізу в лабораторії;
- 6) наповнюють водою одну пляшку об'ємом 0,5 л і, якщо потрібно, інші пляшки для додаткових досліджень;
- 7) визначають запах води і смак, якщо це можливо;
- 8) усі з'ясовані показники вносять у спеціальний журнал.

У разі взяття проби з різних глибин:

- 1) визначають прозорість за допомогою диска Секкі і колір води за шкалою кольоровості (тільки під час дослідження озер);
- 2) опускають у воду батометр, тримають 10 хв, потім підіймають батометр;

- 3) вимірюють температуру за додатковим і основним термометрами;
- 4) визначають рН, вміст двооксиду вуглецю ( $\text{CO}_2$ ), фіксують кисень і, якщо можливо, встановлюють вміст карбонатів ( $\text{CO}_3^{2-}$ );
- 5) батометр опускають на ту ж глибину і узятю водою наповнюють пляшки об'ємом 1,0 і 0,5 л. При цьому немає необхідності витримувати батометр на досліджуваній глибині. Якщо потрібно, то таким же чином наповнюють і інші пляшки відповідних об'ємів для консервації заліза, кремнію, фосфору та ін.;
- 6) визначають запах і смак води;
- 7) усі результати спостережень записують у журнал.

## **Лабораторна робота № 1**

### **Тема: Визначення прозорості природних вод**

**Мета роботи:** ознайомитися з польовими і лабораторними методами визначення прозорості води. Провести самостійне дослідження прозорості води за допомогою шрифту.

#### **Теоретичні відомості**

Прозорість води залежить від її кольору й каламутності. Мірою прозорості служить висота водного стовпа, крізь який можна побачити білий круг (диск) певних розмірів або прочитати шрифт певного типу. Даний метод дає лише орієнтовні результати. Прозорість також залежить від інтенсивності розвитку фітопланктону у водоймищі і наявності у воді завислих речовин. Тому цей показник доповнює результати гідробіологічних і гідрохімічних досліджень. Звичайно на водоймищі прозорість визначають за допомогою диска Секі, у лабораторних умовах – за допомогою стандартного шрифту (ГОСТ 3351-46). У польових умовах диск білого кольору, закріплений на мірному мотузку, занурюють у воду і визначають глибину (у сантиметрах), на якій диск перестає бути видимим. Дослідження не можна проводити за прямого сонячного світла. Вимірювання повторюють кілька разів і записують середню величину.

#### **Хід лабораторної роботи**

*Вимірювання прозорості води за допомогою шрифту.* Дослідження проводять у нефільтрованій воді. Пляшку з водою збовтують, негайно ж відбирають чистою і сухою мензуркою необхідний об'єм води. Потім воду переливають у циліндр об'ємом 100 мл із плоским дном і краном, підкладають на відстані 4 см від дна циліндра аркуш зі стандартним шрифтом. Зливають воду через кран до тих пір, поки стане можливим читання тексту через шар води, що знаходиться в циліндрі. Визначення повторюють ще раз, підливаючи воду в циліндр до тих пір, поки шрифт буде ледве помітний. Як результат дослідження беруть середнє арифметичне із двох вимірювань висоти шару води в циліндрі.

#### **Апаратура**

1. Скляний циліндр із дном з хімічно стійкого оптичного скла, градуйований в сантиметрах (внутрішній діаметр – 2,5 см, висота – 50 см), або скляна трубка (тих же розмірів) із приклеєною до неї плоскопаралельною скляною пластиною.

2. Шрифт з висотою букв 3,5 мм.

## Лабораторна робота № 2

### Тема: Визначення кольоровості природних вод

**Мета роботи:** провести визначення кольоровості води спектрофотометричним методом.

#### Теоретичні відомості

Чисті природні води звичайно майже безбарвні. Кольоровість поверхневих вод зумовлена, головним чином, наявністю гумінових речовин і сполук тривалентного заліза й марганцю. Кількість цих речовин залежить від геологічних умов у водоносних горизонтах і кількості й розмірів торфовищ у басейні досліджуваної водойми. У багатьох випадках забарвлення води обумовлене, наприклад, наявністю мікроорганізмів, частинок мулу, сульфідів та інших завислих речовин. Колір визначають у профільтованій або необробленій пробі, що містить завислі речовини. Якщо завислих речовин дуже багато, воду попередньо відстоюють. Для визначення кольоровості воду не консервують. Дослідження проводять через 2 год після відбору проби.

#### Хід лабораторної роботи

*Вимірювання на спектрофотометрі.* Кольоровість води звичайно рекомендують визначати вимірюванням її оптичної густини на спектрофотометрі за різних довжин хвиль. Досліджувану воду заздалегідь фільтрують, відкидаючи перші порції фільтрату. Оптичну густину вимірюють при товщині шару 10 см проти дистильованої води. Довжина хвиль світла, які максимально поглинає вода, є характеристикою її кольору. Якщо на одержаній кривій є декілька піків, то відповідні їм довжини хвиль треба відмітити. Слід враховувати, що видимий колір розчину завжди є додатковий до кольору поглинального випромінювання (табл. 1).

Таблиця 1.

Колір поглинального випромінювання і видимий колір води, що досліджується на кольоровість

Довжина хвиль поглинального світла (приблизно), нм	Колір поглинального випромінювання	Додатковий (видимий) колір розчину
400 – 450	Фіолетовий	Жовто-зелений
450 – 480	Синій	Жовтий
480 – 490	Зелено-синій	Оранжевий
490 – 500	Синьо-зелений	Червоний
500 – 560	Зелений	Пурпурний
560 – 575	Жовто-зелений	Фіолетовий
575 – 590	Жовтий	Синій
590 – 605	Оранжевий	Зелено-синій
605 – 730	Червоний	Синьо-зелений
730 – 760	Пурпурний	Зелений

Значення оптичної густини досліджуваної води за довжини хвилі, близької до максимуму поглинання, є міра інтенсивності її забарвлення.

Спектрофотометр може бути замінений фотоелектроколориметром (ФЕК) за наявності достатнього числа світлофільтрів, проникних для вузьких смуг спектра світла.

### **Лабораторна робота № 3**

#### **Тема: Активна реакція (рН) природних вод**

**Мета роботи:** провести визначення рН води колориметричним методом.

#### **Теоретичні відомості**

Під активною реакцією середовища розуміють активну кислотність (лужність), тобто концентрацію вільних (активних) іонів водню. Існує поняття «потенційна кислотність», яку визначають звичним титруванням – методом нейтралізації.

Концентрацію водневих іонів виражають величиною рН, що являє собою десятковий логарифмом концентрації іонів водню, взятий із протилежним знаком:

$$[\text{H}^+] = 10^{-\text{pH}}; \quad \text{pH} = \lg [\text{H}^+]$$

Концентрацію водневих іонів визначають в інтервалі від 1 до 14 мг-екв/л, що відповідає величині рН від 0 до 14. Величина рН 7 відповідає нейтральному стану розчину, менші її значення – кислотному, а більші – лужному.

У більшості природних вод концентрація водневих іонів обумовлена лише відношенням концентрацій вільного двооксиду вуглецю і бікарбонат-іонів. У цих випадках рН коливається від 4,5 до 8,3. На величину рН може впливати підвищений вміст гумінових речовин, основних карбонатів і гідроксидів, що утворюються внаслідок поглинання  $\text{CO}_2$  рослинами у процесі фотосинтезу, а в окремих випадках – і підвищений вміст солей, схильних до гідролізу, та ін. У стічних і забруднених поверхневих водах, крім того, можуть міститися сильні кислоти й основи. Концентрація водневих іонів у воді впливає на розвиток флори та фауни водоймищ. Особливого значення рН води набуває в період розмноження риби і розвитку ікри й личинок (у перші 3 дні їх життя).

Величину рН визначають колориметричним або електрометричним методом. Перевага колориметричного методу полягає в простоті і швидкості виконання при задовільній надійності результатів. Обмеженість – у недостатньо високій точності одержуваних результатів при визначенні рН забарвлених і каламутних вод, необхідності введення сольових поправок у разі дуже низької мінералізації досліджуваної води (менше 30 мг/л).

#### **Хід лабораторної роботи**

*Колориметричне визначення рН* здійснюють за кольором кислотно-основного індикатора, який додають у пробу у вигляді розчину або індикаторного папірця. Забарвлення, якого набуває індикатор, порівнюють із забарвленням стандарту.

Орієнтовне визначення рН за допомогою універсального індикатора застосовують у деяких випадках, наприклад, у разі гідробіологічних досліджень невивчених досі водоймищ. Універсальний індикатор – це порошок або

спиртовий розчин оранжево-червоного кольору, активний у межах величин рН, рівних 2,0 – 10,0.

Під час визначення рН води пробу не можна консервувати. Дослідження проводять відразу на місці або не пізніше ніж через 1 добу. При цьому пробу відбирають, заповнюючи посудину доверху водою, щоб у ній не залишилося пухирців повітря. У ході транспортування слідкують, щоб вода не нагрівалася.

При колориметричному визначенні рН у чисту пробірку, заздалегідь обполоснуту досліджуваною водою, наливають 2–3 мл проби, додають 2–3 краплі універсального індикатора, перемішують і визначають рН за такою шкалою:

Забарвлення розчину	Значення рН
Червоно-рожевий	2,0
Червоно-оранжевий	3,0
Оранжевий	4,0
Жовто-оранжевий	5,0
Лимонно-жовтий	6,0
Жовто-зелений	7,0
Зелений	8,0
Синьо-зелений	9,0
Фіолетовий	10,0

**Реактиви:** Універсальний індикатор – суміш 0,1%-их спиртових розчинів метилового червоного (5 мл), диметиламіноазобензолу (15 мл), бромотимолового синього (20 мл), фенолфталеїну (20 мл), тимолфталеїну (20 мл).

#### **Лабораторна робота № 4**

##### **Тема: Визначення розчиненого у воді кисню**

**Мета роботи:** провести визначення вмісту у воді розчиненого кисню методом Вінклера.

##### **Теоретичні відомості**

Встановлення вмісту кисню у воді має велике значення для оцінки якості поверхневих і деяких стічних вод, контролю станцій біологічного очищення, а також дослідження корозійних властивостей води.

Вода, що взаємодіє з повітрям, містить кисень у рівноважній концентрації, залежно від атмосферного тиску, температури та вмісту розчинених у ній солей. Відхилення концентрації кисню від рівноважної обумовлюють такі фактори: фізичні (зміна атмосферного тиску, температури води і т.д.); фізико-хімічні (поглинання кисню під час електрохімічної корозії металів і окиснення речовин, що містяться у воді або взаємодіють з нею); біохімічні (споживання кисню в процесі аеробного розкладання органічних речовин або навпаки, виділення його внаслідок поглинання  $\text{CO}_2$  рослинними організмами). Вміст кисню у воді коливається від 6 до 10 мг/л, рідко перевищуючи 15 мг/л.

Вміст кисню у воді визначають за йодометричним методом Вінклера. Цей метод можна застосовувати за концентрації кисню 0,05 мг/л і вище.

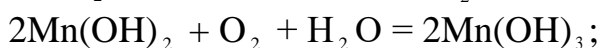
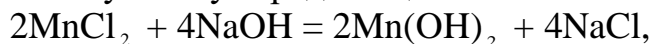
Проби, відібрані для визначення кисню, не можна консервувати. Їх збирають у спеціальні «кисневі склянки» і відразу додають відповідні реактиви.



Метод заснований на здатності гідрату закису марганцю окиснюватися в лужному середовищі до сполуки вищої валентності, кількісно зв'язуючи розчинений у воді кисень, а потім знову переходити в кислому середовищі в двовалентні сполуки, окиснюючи при цьому кількість йоду, еквівалентну зв'язаному кисню. Йод, що виділяється, відтитрують розчином гіпосульфїту і за його кількістю, витраченою на титрування, обчислюють кількість кисню.

У основі визначення вмісту кисню у воді лежать такі хімічні реакції:

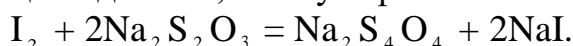
а) зв'язування кисню в лужному середовищі:



б) виділення йоду в кислому середовищі:



в) титрування йоду, що виділився, гіпосульфїтом:



Перед визначенням розчиненого у воді кисню «кисневі склянки» необхідно відкалібрувати. Перед цим їх добре промивають, висушують, нумерують і зважують на технічних вагах із точністю до 0,01 г, потім їх заповнюють дистильованою водою кімнатної температури і, видаливши фільтрувальним папером зовнішню воду, знову зважують з такою ж точністю. Різниця зважувань – це вага води в склянці. Щоб перерахувати вагу на об'єм, необхідно одержану вагу помножити на відповідний коефіцієнт для даної температури води. Добуток покаже об'єм склянки.

#### **Хід лабораторної роботи**

У «кисневі склянки» за допомогою сифона обережно наливають досліджувану воду, для чого сифон опускають на дно склянки і заповнюють так, щоб вода перелилася через край. Відразу після цього піпеткою обережно вводять 1 мл розчину  $\text{MnCl}_2$  і 1 мл розчину  $\text{KI} + \text{NaOH}$ . Потім склянку закривають притертою пробкою, слідкуючи, щоб у ній не залишилося пухирців повітря, і вміст її ретельно перемішують багатократним різким перевертанням. Утворений осад розподіляють по всій склянці. Пробу з зафіксованим киснем ставлять у темне місце на 1–2 год. По закінченні цього часу склянку обережно відкривають (рідина над осадом повинна бути прозора) і додають 1 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:1), переливання прозорої рідини через край не впливає на визначення. Потім склянку закривають і її вміст перемішують. Осад розчиняється, після чого приступають до титрування, заздалегідь установивши поправку на концентрацію гіпосульфїту натрія ( $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ) у розчині.

Вміст склянки обережно переносять кількісно в конічну колбу і титрують гіпосульфїтом до отримання ледве помітного жовтого кольору. Потім додають 0,5 мл 0,2%-го крохмалю і отриманий розчин синюватого кольору обережно титрують до повного його знебарвлення.

Абсолютний вміст кисню розраховують за формулою:

$$A = \frac{n \times N \times 0,08}{V - v} \times 1000,$$

де  $A$  – кількість кисню  $O_2$ , мг/л;  $n$  – кількість  $Na_2S_2O_3$ , витрачена на титрування проби, мл;  $N$  – поправка на концентрацію розчину для титрування;  $V$  – об'єм склянки, мл;  $v$  – об'єм доданих реактивів Вінклера, мл;  $(V-v)$  – об'єм досліджуваної води, мл; 0,08 – коефіцієнт для перерахунку вмісту кисню на міліграми (коефіцієнт для перерахунку вмісту кисню на мілілітри – 0,0558).

Відносний вміст кисню (відсоток насичення від норми за певної температури) визначають за формулою

$$O_2 \% = \frac{C_x}{C_0} \times 100,$$

де  $O_2 \%$  – насичення води киснем;  $C_x$  – абсолютний вміст кисню, мг/л;  $C_0$  – нормальний вміст кисню у воді за певної температури, мг/л (Аналітична хімія поверхневих вод, Б. Й. Набиванець та ін.).

#### **Обладнання:**

1. Технічні ваги з точністю до 0,01 г.
2. Пікнометри або склянки з притертими пробками об'ємом 50–70 мл.
3. Піпетки Мора (або піпетки з поділками): 4 шт. – на 1 мл, 1 шт. – на 3 мл і 1 шт. – на 20 мл.
4. Бюретки об'ємом 25 мл.
5. Конічні колби для титрування об'ємом 150–200 мл – 5 шт.

#### **Реактиви:**

1. 32%-й розчин  $MnCl_2$ .
2. 32%-й  $NaOH$  + 10%  $KI$  (зберігати їх треба в темному місці, якщо немає  $NaOH$ , можна узяти  $KOH$ , але в 1,5 разу більше).
3. Сірчана кислота  $H_2SO_4$  (1:1).
4. 0,2%-й розчин крохмалю (вживати тільки свіжоприготований).
5. 0,01 н розчин гіпосульфїту натрію ( $Na_2S_2O_3$ ): 2,48 г солі розчиняють дистильованою водою в мірній колбі об'ємом 1 л. Розчин гіпосульфїту готують спочатку приблизно, а потім знаходять для нього поправку шляхом титрування точним 0,01 н розчином біхромату калію (0,4903 г солі розчиняють дистильованою водою в мірній колбі об'ємом 1 л). Техніка визначення поправки на гіпосульфїт така: у колбу місткістю 150–200 мл послідовно наливають 100 мл дистильованої води + 10 мл 15%  $KI$  + 3 мл 25%  $H_2SO_4$  + 20 мл 0,01 н  $K_2Cr_2O_7$ . Вільний йод, що виділяється при цьому, забарвлює розчин у темнувато-коричнево-жовтий колір. Колбу необхідно закрити годинниковим склом, щоб вільний йод не випаровувався, і залишити на 3 хв, щоб усі молекули біхромату калію прореагували з  $KI$ . Вільний йод, що виділився, титрують гіпосульфїтом, додаючи його спочатку з бюретки струменем, а коли розчин набуде слабо жовтого кольору – краплями до появи ледве помітного жовтого кольору. Потім вносять 0,5 мл 0,2%-го розчину крохмалю і продовжують титрувати до зникнення синюватого забарвлення крохмалю з вільним йодом.

Коефіцієнт поправки ( $A$ ) рівний:

$$A = \frac{B}{M},$$

де  $V$  – кількість  $0,01$  н  $K_2Cr_2O_7$ , узятого для титрування, мл;  $M$  – кількість  $0,01$  н  $Na_2S_2O_3$ , що пішла на титрування, мл.

### **Лабораторна робота № 5**

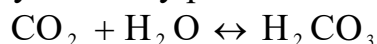
#### **Тема: Визначення у воді вільної вугільної кислоти**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод і провести визначення вмісту вільної вугільної кислоти у воді.

#### **Теоретичні відомості**

Вуглекислий газ ( $CO_2$ ), потрапляючи у воду, сполучається з нею, даючи вугільну кислоту  $H_2CO_3$  ( $CO_2$  – псевдокислота), остання вступає в хімічні зв'язки з різними основами, утворюючи бікарбонати і карбонати. Цей ланцюг хімічних перетворень залежить від рН середовища: чим вище рН, тим менше  $CO_2$  і  $H_2CO_3$  у воді.

Звичайно вугільну кислоту  $H_2CO_3$  ототожнюють з вугільним ангідридом ( $CO_2$ ), що знаходиться у воді в розчиненому стані, беручи їх загальну концентрацію за вміст  $CO_2$ . Це допустимо, оскільки рівновага між вугільною кислотою і двооксидом вуглецю у водному розчині



сильно зміщена вліво. У розчині знаходиться приблизно 99%  $CO_2$  і лише близько 1%  $H_2CO_3$ . Визначення вмісту вільної вугільної кислоти дещо ускладнене тим, що  $H_2CO_3$  реагує з лугами дуже швидко, а перехід  $CO_2$  в  $H_2CO_3$  відбувається значно повільніше. Рожеве забарвлення, якого набуває розчин у процесі титрування, неодноразово зникає, що також спричиняє труднощі. Одночасно з  $CO_2$  титруються наявні у воді органічні кислоти переважно гумусного походження, а також інші слабкі кислоти (борна, кремнієва). Проте, для більшості природних вод міст  $CO_2$  – основна складова частина кислотності, що дозволяє з деякою умовністю виражати результати дослідження як вміст  $CO_2$ . Крім того, ускладнення виникають через осадження лугом деяких катіонів ( $Ca^{2+}$ ,  $Mg^{2+}$ ,  $Fe^{2+}$ ) у разі їх значного вмісту у воді. Незважаючи на всі названі недоліки даний метод широко застосовують під час аналізу води, що пов'язано з швидкістю його проведення. Визначення  $CO_2$  проводять обов'язково на місці, відразу після відбору проби з водоймища.

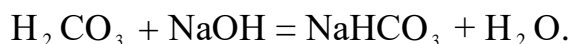
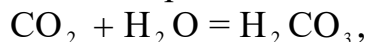
#### **Хід лабораторної роботи**

У пікнометр на 150 мл наливають розбавлений фосфатний буферний розчин із рН 8,37 і додають із тонкої піпетки 5 крапель 1%-го спиртового розчину фенолфталеїну. Фосфатний розчин набуває слаборожевого кольору. Ця склянка служить стандартом титрування.

У інший пікнометр на 150 мл піпеткою Мора обережно, без інтенсивного перемішування, наливають 100 мл досліджуваної води; додають 5 крапель індикатора (фенолфталеїну) і титрують пробу з бюретки  $0,02$  н розчином  $NaOH$  (титр розчину  $NaOH$  треба також встановлювати з фенолфталеїном) до

забарвлення, ідентичного забарвленню стандарту (тобто до рН 8,37). Рівнозначне забарвлення в пробі повинне зберігатися протягом 10 хв. Якщо проба стане блідіша за колір стандарту, то до неї ще додають титрувальний розчин. У процесі цього пробу треба перемішувати легкими круговими рухами за умов закритого пробкою пікнометра.

У основі даного методу лежать такі реакції:



Як тільки вугільна кислота на 97,5% переходить у бікарбонат натрію, тобто рН розчину становить 8,37, фенолфталеїн стає слабо рожевий, подальше титрування припиняють. Отже, 1 г-моль NaOH зв'язується з 1 г-моль CO<sub>2</sub>, або 1 г-екв NaOH відповідає 44 г CO<sub>2</sub>. Тому вміст у воді CO<sub>2</sub> розраховують за формулою:

$$A = \frac{n \times F \times 0,88}{100} \times 1000,$$

де А – вміст у воді CO<sub>2</sub>, мг/л; n – об'єм 0,02 н розчину NaOH, витрачений на титрування; F – поправка на концентрацію титрувального лугу; 0,88 – множник, що відповідає 1 мл 0,02 н розчину NaOH; якщо користуються 0,1 н лугом, то беруть множник не 0,88, а 4,4.

#### **Обладнання:**

1. Бюретка об'ємом 10 мл.
2. Піпетки об'ємом 1 і 2 мл
3. Пікнометри об'ємом 150 мл – 2 шт.

#### **Реактиви:**

1. 0,02 н NaOH
2. 0,1%-й розчин фенолфталеїну: 0,10 г хімічно чистого фенолфталеїну розчиняють у 100 мл 96%-го етилового спирту.

### **Лабораторна робота № 6**

#### **Тема: Визначення у воді вмісту бікарбонатів**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод і провести визначення вмісту бікарбонатів у воді.

#### **Теоретичні відомості**

Більшість солей у природних прісних водах має форму бікарбонатів. Вважають, що кількість бікарбонатів – це головна характеристика мінералізації прісних вод. Кількість бікарбонатів у воді визначають титруванням проби кислотою до повного розкладання бікарбонатів за схемою:



Закінчення реакції встановлюють за зміною кольору індикатора (метилоранжу) з жовтого на рожевий (рН близько 4,5).

#### **Хід лабораторної роботи**

У колбу об'ємом 200 мл наливають 100 мл досліджуваної води, додають 3 краплі метилоранжу і титрують 0,1 н НСІ до набуття індикатором кольору, аналогічного кольору стандарту.

Вміст бікарбонатів у воді розраховують за формулою:

$$A = \frac{n \times F \times 4,4}{V} \times 1000 ,$$

де А – вміст бікарбонатів у воді, мг СО<sub>2</sub>/л; n – кількість 0,1 н НСІ, витрачена на титрування проби, мл; F – поправка на титр 0,1 н НСІ; V – об'єм проби, мл; множник 4,4 – коефіцієнт: 1 мл 0,1 н НСІ звільняє 4,4 міліграм СО<sub>2</sub> з карбонатів; 1000 – коефіцієнт перерахунку на літр.

Для перерахунку в мг-екв застосовують множник:

$$1 \text{ мг-екв} = A \times 0,0227.$$

### **Реактиви:**

1. 0,1 н розчин соляної кислоти (НСІ).
2. 0,1%-й розчин метилоранжу.
3. Стандарт: у колбу об'ємом 200 мл наливають 100 мл бідистильованої води, додають 3 краплі метилоранжу і насичують воду СО<sub>2</sub>, дихаючи у скляну трубочку через вату). Вода незабаром змінює жовтий колір на рожевий, рН становить 4,47. Вона слугитиме еталоном для досліджуваної води.

### **Лабораторна робота № 7**

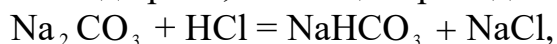
#### **Тема: Визначення у воді вмісту карбонатів**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод і провести визначення вмісту карбонатів у воді.

#### **Теоретичні відомості**

Карбонати можуть знаходитися у водах, що мають лужну реакцію, рН більше 8,37. Таких природних вод небагато. Проте, в періоди «цвітіння» води у результаті фотосинтезу зникає вільний СО<sub>2</sub> і співвідношення між різними формами вугільної кислоти зсувається в лужний бік, тобто в бік утворення карбонатів. Цей процес має місце майже у всіх стоячих водоймищах середніх і південних широт.

Якщо досліджувана вода набуває рожевого кольору з фенолфталеїном, то в ній можна визначити карбонати шляхом титрування проби кислотою до моменту знебарвлення індикатора, тобто до рН 8,3. Реакція проходить за схемою:



тобто на одну молекулу карбонату витрачається одна молекула кислоти. Фенолфталеїн змінює свій колір за такого значення рН, коли концентрація бікарбонатів досягає 97,5% від можливої, тобто 2,5% карбонатів (від початкової кількості) залишаються нерозкладеними, тобто невідтитрованими.

#### **Хід лабораторної роботи**

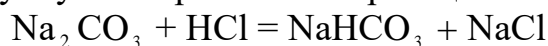
У колбу місткістю 200 мл наливають 100 мл досліджуваної води, додають 3 краплі фенолфталеїну і титрують 0,1 н НСІ до знебарвлення фенолфталеїну. У кінці титрування треба краплями додавати кислоту, обережно перемішуючи пробу круговими рухами, інакше СО<sub>2</sub> з повітря розчинятиметься в ній і

впливатиме на результат титрування. Після доливання кислоти колбу необхідно закрити пробкою і акуратно перемішати. Дистильовану воду використовують як стандарт. Якщо досліджувана вода має колір, то стандартом служить вона сама або дещо перетитрована проба.

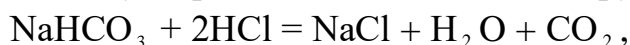
Вміст карбонатів у воді розраховують за формулою:

$$A = \frac{n \times F \times 2,2}{V} \times 1000 ,$$

де А – вміст карбонатів у воді, мг  $\text{CO}_2$ /л; n – кількість 0,1 н НСl, витрачена на титрування проби, мл; F – поправка на титр 0,1 н НСl; V – об'єм проби, мл; множник 2,2 – коефіцієнт, відповідний кількості  $\text{CO}_2$  при добавці 1 мл 0,1 н НСl; 1000 – коефіцієнт перерахунку на літр. Оскільки реакція



не дає вільного  $\text{CO}_2$ , але він утворюється після надбавки другої молекули НСl:



то беруть половину від г-екв  $\text{CO}_2$  ( $44 : 2 = 22$ ; а для 0,1 н – множник буде 2,2);

#### **Реактиви:**

1. 0,1 н НСl.
2. 0,1%-й розчин фенолфталеїну.

#### **Лабораторна робота № 8**

##### **Тема: Визначення жорсткості води**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод і самостійно провести дослідження жорсткості води.

#### **Теоретичні відомості**

Загальна жорсткість води обумовлена концентрацією в ній катіонів двовалентних лужноземельних металів, перш за все, кальцію і магнію. Ці елементи в природних умовах з'являються у воді внаслідок дії двооксиду вуглецю на карбонатні мінерали або в результаті біохімічних процесів, що відбуваються у зволжених шарах ґрунту і залежать від типу навколишніх ґрунтів, площі водозбору, пори року і навіть часу доби.

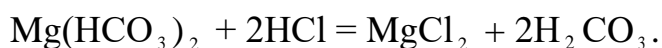
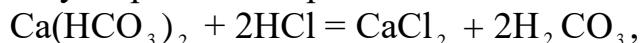
Кількість кальцію і магнію, еквівалентну кількості карбонатів і бікарбонатів, називають *карбонатною* жорсткістю, вона зумовлена наявністю іонів вугільної кислоти. *Некарбонатну* жорсткість спричиняють іони  $\text{Cl}^-$ ,  $\text{SO}_4^{2-}$ ,  $\text{NO}_3^-$ ,  $\text{SiO}_3^{2-}$ , фосфати і гумати. *Загальна* жорсткість пов'язана з усіма аніонами.

Некарбонатну жорсткість визначають як різницю між загальною і карбонатною жорсткістю. Крім того, розрізняють *постійну* жорсткість (жорсткість води після 1 год кип'ятіння) і *усувну* жорсткість (якої можна повністю позбутися кип'ятінням). Зв'язок між цими видами жорсткості можна виразити таким рівнянням:

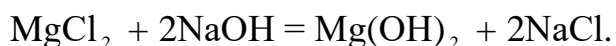
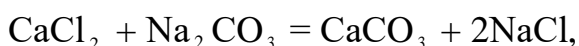
$$\text{Загальна жорсткість} = \text{Постійна} + \text{Усувна}.$$

Величину жорсткості прийнято виражати в міліграм-еквівалентах (мг-екв) кальцію чи магнію. 1 мг-екв жорсткості рівнозначний вмісту у воді 20,04 мг/л кальцію або 12,15 мг/л магнію. Існує декілька методів визначення жорсткості природних вод. Один із них – метод Варта–Пфейфера. У разі застосування цього

методу кальцій і магній у досліджуваній воді вилучають за допомогою лужного розчину соди, а розчин, що не прореагував, відтитровують 0,1 н соляною кислотою. Для кращого осадження кальцій і магній заздалегідь врівноважують соляною кислотою, щоб утворилися хлориди:



Хлориди магнію і кальцію обробляють сумішшю Пфейфера ( $\text{NaOH} + \text{Na}_2\text{CO}_3$ ). Їдкий натр зв'язує магній, а сода – кальцій:



### Хід лабораторної роботи

Беруть 100 мл досліджуваної води і виливають у конічну колбу місткістю 250–300 мл. Додають 3–4 краплі 0,1%-го метилоранжу і титрують 0,1 н  $\text{HCl}$  до переходу забарвлення суміші з жовтого в рожеве. Встановлюють кількість витраченої соляної кислоти. Ці дані (кількість 0,1 н  $\text{HCl}$  в мл, витрачена на титрування 100 мл досліджуваної проби) можна використати в подальшому для розрахунку лужності води.

Після перетворення бікарбонатів і карбонатів кальцію і магнію на хлориди до проби додають у надлишку лужну суміш Пфейфера (20 мл і більше, якщо жорсткість досліджуваної води дуже висока). Після появи слабкої каламуті пробу нагрівають і кип'ятять 5 хв від моменту появи перших пухирців. Потім воду охолоджують до кімнатної температури і фільтрують у мірну колбу об'ємом 200–250 мл через фільтр, заздалегідь змочений дистильованою водою. Потім розчин у мірній колбі доводять до мітки дистильованою водою. Ретельно перемішавши рідину в колбі, беруть із неї 100 мл фільтрату і переливають у чисту конічну колбу. У неї додають 1–2 краплі метилоранжу і титрують з бюретки 0,1 н  $\text{HCl}$  до появи рожевого забарвлення. Кількість 0,1 н  $\text{HCl}$ , витрачену на титрування, множать на 2 або 2,5, залежно від об'єму мірної колби (200 або 250 мл). Ця величина чисельно дорівнює кількості суміші Пфейфера, що залишилася після осадження.

Щоб розрахувати жорсткість води, складають рівняння, як описано далі.

На титрування 100 мл фільтрату витрачено  $B$  мл 0,1 н  $\text{HCl}$ . На весь об'єм фільтрату (200 мл) – в 2 рази більше 0,1 н  $\text{HCl}$  ( $2B$ ). Якщо на 20 мл суміші Пфейфера витрачено  $A$  мл 0,1 н  $\text{HCl}$ , то на осадження солей кальцію і магнію взято таку ж кількість суміші Пфейфера, яка еквівалентна ( $A - 2B$ ) мл  $\text{HCl}$ . Якщо жорсткість виражати через  $\text{CaO}$ , то 1 г-екв  $\text{HCl}$  буде пропорційним 1 г-екв  $\text{CaO} = 28$  г  $\text{CaO}$  (мол.вага  $\text{CaO} = 56$ , 1 г-екв =  $56/2$ ). Іншими словами, 1 мл 1 н  $\text{HCl}$  відповідає 28 мг  $\text{CaO}$ , а 0,1 н  $\text{HCl}$  – 2,8 мг  $\text{CaO}$ .

Таким чином, загальну жорсткість обчислюють за формулою:

$$H = \frac{(A - 2B) \times 2,8}{100} \times 1000.$$

Жорсткість часто виражають в німецьких градусах ( $\text{H}^\circ$ ). 1  $\text{H}^\circ$  жорсткості дорівнює 10 мг  $\text{CaO}$  в 1 л. Загальну жорсткість у німецьких градусах визначають

за формулою:

$$dH^\circ = (A - 2B) \times 2,8.$$

Величина карбонатної жорсткості залежить від кількості вуглекислоти, двовуглекислих солей кальцію і магнію, розчинених у воді, тому карбонатну жорсткість розраховують за величиною лужності (величину лужності множують на 2,8).

За величиною жорсткості розрізняють воду м'яку – менше 10 Н°; помірної жорсткості – 10–18 Н° і жорстку – більше 18 Н°.

**Реактиви:**

1. 0,1 н НСІ: 1 мл розчину еквівалентний 2,8 мг СаО.
2. 0,1%-й розчин метилоранжу.
3. Лужна суміш Пфейфера: рівні частини 0,1 н розчину соди (5,3 г  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  на 1 л дистильованої води) і 0,1 н розчину їдкого натра (4,0 г  $\text{NaOH}$  на 1 л дистильованої води).



## Лабораторна робота № 9

### Тема: Визначення лужності води

**Мета роботи:** засвоїти лабораторні методи визначення лужності води. Провести самостійні дослідження проб води, які відрізняються за лужністю.

### Теоретичні відомості

Під лужністю природної води розуміють її здатність зв'язувати кислоти. Лужність обумовлена наявністю у воді бікарбонатів, карбонатів і гідроксидів. Частково на лужність також впливають такі речовини, як фосфати, силікати, борати. Лужність виражають в мілілітрах або міліграм-еквівалентах 0,1 н НСІ, витраченої на титрування 100 мл досліджуваної води.

Оскільки лужність обумовлена переважно бікарбонатами й карбонатами, титрування проводять із метилоранжем або фенолфталеїном. Тому розрізняють лужність із метилоранжем або фенолфталеїном. У рибництві, під час гідробіологічних досліджень застосовують лужність із метилоранжем. Виражають лужність як в міліграм-еквівалентах, так і в німецьких градусах.

### Хід лабораторної роботи

100 мл води поміщають у конічну колбу, додають 3–4 краплі метилоранжу і титрують 0,1 н НСІ на білому фоні до переходу забарвлення з жовтого у світло-рожеве (від однієї краплі НСІ). Для того щоб точно зафіксувати перехід забарвлення, ставлять поряд контрольну пробу з тією ж водою і 3–4 краплями метилоранжу. Проте потрібно враховувати, що забарвлення змінюється дещо раніше повного переходу всіх бікарбонатів у хлористі солі за рахунок появи вільного  $\text{CO}_2$ , що впливає на метилоранж. Вплив цей тим більший, чим вища лужність води.

Величину лужності води розраховують за формулою:

$$X = A \times F \times 1,04,$$

де  $A$  – кількість 0,1 н НСІ, витрачена на титрування 100 мл досліджуваної води, мл;  $F$  – поправка на титр 0,1 н НСІ; 1,04 – поправковий коефіцієнт на вплив  $\text{CO}_2$  (збільшує величину лужності на 4%).

У рибництві найчастіше величину лужності з метилоранжем перераховують на карбонатну жорсткість, яку виражають у німецьких градусах ( $\text{H}^\circ$ ).

### Реактиви:

- 0,1 н НСІ: 8,2 мл НСІ доводять до 100 мл дистильованою водою в мірній колбі. Нормальність розчину встановлюють з використанням бури ( $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ ).
- 0,1%-й розчин метилоранжу.

## Лабораторна робота № 10

### Тема: Визначення вмісту фосфатів у воді

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення концентрації фосфатів у воді. Провести самостійні дослідження вмісту фосфатів у пробах води.

### Теоретичні відомості

Біогенні елементи (азот, фосфор тощо) відіграють велику роль у житті гідробіонтів. Вміст цих елементів у водоймищах – важлива передумова створення

первинної продукції фітопланктону й макрофітів. Надходження біогенних речовин у водоймище визначає ступінь його евтрофування.

Метод спектрофотометричного визначення вмісту фосфатів (модифікація методу Деніже–Аткінса) заснований на екстракції фосфорномолібденової гетерополікислоти ( $H_7 [P(Mo_2 O_7)_6] \times 28H_2 O$ ) бутиловим спиртом, відновленні її в спиртовому розчині хлоридом двовалентного олова і фотометруванні сполуки синього кольору, що утворилася.

#### **Хід лабораторної роботи**

100 мл досліджуваної води наливають у ділильну лійку місткістю 250 мл, додають 2 мл сульфомолібденового реактиву, розчин перемішують і через 5 хв доливають 25 мл бутилового спирту. Суміш енергійно струшують протягом 1 хв і залишають до повного розшарування. Потім відокремлюють спиртовий шар і доводять його бутиловим спиртом до 25 мл. До спиртового розчину фосфорномолібденової гетерополікислоти додають 5 крапель розчину хлористого олова, обережно перемішують і через 5 хв відбирають 20 мл. Потім доливають 5 мл бутилового спирту (для руйнування тонкої водної емульсії, що утворюється після надлишку розчину хлористого олова) і фотометрують забарвлений спиртовий розчин фосфорномолібденового відновленого комплексу за довжини хвилі 620 або 720 нм у кюветі з товщиною шару 5 мм.

Вміст фосфатів визначають за калібрувальною кривою, побудованою за обробленими аналогічним способом стандартними розчинами. У разі визначення фосфатів у воді з великим вмістом забарвлених органічних речовин (гумінових і фульвокислот) необхідно їх заздалегідь видалити. Для цього до 100 мл проби додають 2–3 краплі розчину сірчаної кислоти (1:1) і 25 мл бутилового спирту; суміш струшують протягом 1 хв; видаляють спиртовий шар разом із забарвленими органічними кислотами, що екстрагуються, і у водному розчині визначають фосфати.

#### **Реактиви:**

1. Сульфомолібденовий реактив: 10 г молібденовокислого амонію розчиняють у 100 мл дистильованої води і додають 300 мл сірчаної кислоти (1:1). Розчин зберігають протягом 2–3 тижнів.

2. Розчин хлористого олова: 40 мг тонкої олов'яної стружки розчиняють у 2 мл концентрованої соляної кислоти (спочатку за звичайних умов, а потім за нагрівання) і доводять дистильованою водою до 10 мл.

3. Бутиловий або ізобутиловий спирт.

4. Розчин сірчаної кислоти (1:1 за об'ємом).

### **Лабораторна робота № 11**

#### **Тема: Визначення вмісту нітратів у воді**

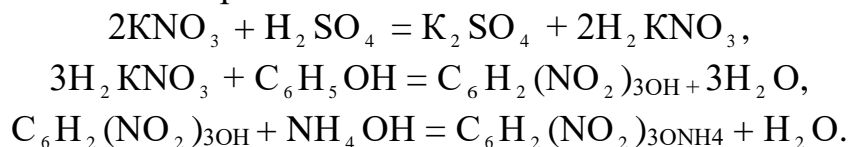
**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення концентрації нітратів у воді. Провести самостійні дослідження вмісту нітратів у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

У природних водах концентрації нітратного азоту можуть варіювати в широких межах. Особливо багато його в осінньо-зимовий період; влітку, навпаки,

у результаті споживання рослинами його вміст не перевищує сотих часток міліграма в 1 л.

Найчастіше нітрати в природних водах визначають із використанням фенолу і сірчаної кислоти. У основі методу лежить взаємодія нітратів з сірчаною кислотою. Витиснена сірчаною кислотою з відповідної солі азотна кислота нітрує фенол, утворюється тринітрофенол (пікринова кислота), який з аміаком утворює пікрат амонію (амонійну сіль пікринової кислоти) і забарвлює рідину в жовтий колір. Інтенсивність забарвлення залежить від концентрації нітратів у досліджуваній воді. Перебіг реакцій, які лежать в основі цього методу, можна виразити такими хімічними рівняннями:



### Хід лабораторної роботи

Залежно від очікуваного вмісту нітратів у воді беруть 10–100 мл проби і випаровують її на водяній бані; сухий залишок охолоджують. Паралельно ставлять на водяну баню стандартний розчин азоту кількістю 1–20 мл (залежно від вмісту нітратів у досліджуваній воді) і випарюють досуха. Сухий залишок проби й стандарту обробляють 1 мл сульфифенолового реактиву. Скляною паличкою ретельно розтирають сульфифеноловий реактив із сухим залишком по тій поверхні чашки, яка була залита водою або стандартним розчином. Потім чашки з паличкою залишають на 5–10 хв і по закінченні цього часу додають у них по 10 мл безазотистої дистильованої води. У ході подальшої нейтралізації кислоти лугом перемішують і додають 10 мл 15%-го аміаку. За наявності нітратів з'являється жовте забарвлення. Розчини жовтого кольору переносять у мірні колби місткістю 50–100 мл (залежно від вмісту нітратів), 3–4 рази змивають у мірну колбу чашку і паличку. Доводять розчин в колбі до мітки, перемішують. Забарвлення досліджуваного розчину і стандарту відразу ж порівнюють у колориметрі або у циліндрах Генера.

Розраховують вміст нітратів у воді таким чином. Коли відтінки кольорів у досліджуваному і стандартному розчинах однакові, відомі висоти стовпів розчинів, відома концентрація стандартного розчину, то вміст азоту нітратів обчислюють за формулою:

$$N = \frac{C \times n \times h}{V \times H} \times 1000,$$

де  $N$  – концентрація азоту нітратів у досліджуваній воді, мг/л;  $C$  – концентрація азоту в стандартному розчині, узятому для приготування 100 мл робочого розбавленого стандарту, мг/мл;  $n$  – кількість стандартного розчину, взятого для приготування 100 мл робочого розбавленого стандарту;  $h$  – висота стовпа робочого розбавленого стандарту в циліндрі Генера;  $H$  – висота стовпа досліджуваного розчину в циліндрі Генера;  $V$  – об'єм досліджуваної води, мл.

### Реактиви:

1. Сульфофеноловий розчин: 3,0 г фенолу поміщають в колбу місткістю 150 мл, додають 20 мл концентрованої сірчаної кислоти, накривають пробкою-ковпачком і ставлять на киплячу водяну баню на 6 год.
2. Стандартний розчин азотнокислого калію, у 1 мл якого міститься 0,1 мг азоту: 0,7216 г  $\text{KNO}_3$  розчиняють в 1 л дистильованої води в мірній колбі. Для консервації додають 1 мл хлороформу і доливають воду до мітки.
3. 15%-й розчин аміаку.

### Лабораторна робота № 12

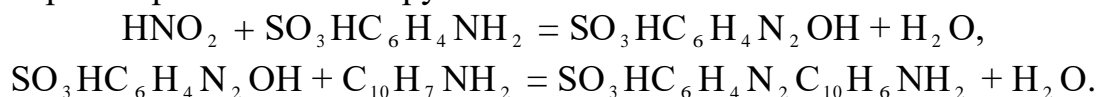
#### Тема: Визначення вмісту нітритів у воді

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення концентрації нітритів у воді. Провести самостійні дослідження вмісту нітритів у пробах води.

#### Теоретичні відомості

Азотна кислота в природних водах міститься у вигляді її солей – нітритів. Наявність нітритів обумовлена інтенсивністю процесів розкладання органічних азотовмісних речовин, переважно бактерійним окисненням амонійного й відновленням нітратного азоту.

Наведений нижче метод Грісса заснований на утворенні діазосполук у кислому середовищі з нітриту й сульфанілової кислоти. Спочатку утворюються діазосполуки, а потім у ході їх реакції з  $\alpha$ -нафтаміном – азотисті сполуки яскравого червоно-рожевого кольору:



Забарвлення проявляється досить довго, тому розчин рекомендується підігріти в термостаті ( $70^\circ\text{C}$ ) до появи стійкого червоно-рожевого забарвлення. Інтенсивність забарвлення пропорційна кількості нітриту.

#### Хід лабораторної роботи

Для визначення нітритного азоту необхідно приготувати контрольний розчин. Піпеткою беруть від 1 до 5 мл робочого стандартного розчину, 1 мл якого містить 0,005 мг азоту, і переносять у мірну колбу місткістю 100 мл. Потім доводять до мітки безазотистою водою. Після цього в іншу мірну колбу об'ємом 100 мл наливають досліджувану воду. Приготовані розчини переливають у конічні колби і в кожен з них додають по 5 мл змішаного нітритного реактиву Грісса. Перемішують і ставлять на водяну баню або в термостат за температури  $60\text{--}70^\circ\text{C}$ . За наявності нітриту вода набуває рожевого відтінку. Потім обидва розчини колориметрують в циліндрах Генера або колориметрі. Значення концентрації нітритів у досліджуваній воді та контрольному розчині повинні бути близькі. У противному разі готують новий розчин або розбавляють досліджувану воду в певну кількість разів безазотистою дистильованою водою.

Вмісту нітритів у воді розраховують за формулою:

$$N = \frac{C \times n \times h}{V \times H} \times 1000,$$

де  $N$  – концентрація азоту нітритів у досліджуваній воді, мг/л;  $C$  – концентрація азоту стандартного розчину, взятого для приготування 100 мл розбавленого контрольного розчину, мг/мл;  $n$  – кількість стандартного розчину, взятого для приготування 100 мл розбавленого контрольного розчину, мл;  $h$  – висота стовпа розбавленого контрольного розчину в циліндрах Генера.;  $H$  – висота стовпа досліджуваної води в циліндрах Генера;  $V$  – об'єм досліджуваної води, взятої для аналізу, мл.

#### **Реактиви:**

1. Реактив Грісса (два розчини):

а) розчин сульфанілової кислоти: 0,5 г кислоти ( $\text{SO}_3\text{HC}_6\text{H}_4\text{NH}_2$ ) розчиняють у ході нагрівання в 150 мл 12%-ї оцтової кислоти (питома вага 1,04);

б) розчин  $\alpha$ -нафталаміну: 0,25 г солі розчиняють у декількох краплях оцтової кислоти, а потім змішують із 150 мл 12%-ї оцтової кислоти. Зберігають розчини в темних склянках. Перед використанням обидва розчини змішують у рівних об'ємах. Реактив Грісса повинен бути безбарвний або мати ледве помітний рожевий відтінок.

2. Основний стандартний розчин азотнокислого натру, що містить у 1 мл 0,1 мг азоту нітриту: 0,4927 г  $\text{NaNO}_3$  розчиняють дистильованою водою в мірній колбі об'ємом 1 л. Розчин перемішують і додають 7 мл хлороформу як антисептика.

### **Лабораторна робота № 13**

#### **Тема: Визначення вмісту амонійного азоту у воді**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення концентрації амонійного азоту у воді. Провести самостійні дослідження вмісту амонійного азоту у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Кількісне визначення амонійного азоту засноване на його здатності під дією сильного окиснювача (гіпоброміту натрію) утворювати з лужним розчином фенолу сполуку блакитного кольору – індофенол. Інтенсивність забарвлення розчину прямо пропорційна концентрації фенолу у воді.

Щоб запобігти впливу підвищеної концентрації іонів кальцію і магнію, що заважають аналізу (помутніння розчину внаслідок додавання реактивів), у досліджувану воду додають сегнетову сіль. Фенолят-гіпобромітна реакція закінчується через 50 хв після додавання всіх реактивів.

#### **Хід лабораторної роботи**

Заздалегідь проводять напівкількісне визначення вмісту амонію у воді. Для цього до 100 мл досліджуваної води додають 2,0 мл лужного розчину фенолу і 15 мл розчину гіпоброміту натрію. Через 30 хв за інтенсивністю забарвлення розчину визначають вміст амонію у зразку.

У колбу наливають 100 мл досліджуваної води і додають 5 мл 30%-го або 10 мл 50%-го розчину сегнетової солі, враховуючи інтенсивність помутніння у ході напівкількісного визначення. Потім вносять 2 мл розчину феноляту натрію, 15 мл гіпоброміту натрію і обережно перемішують. Так само обробляють серію

стандартних розчинів хлористого амонію і досліджуваний зразок води. Через 40–50 хв. визначають вміст амонію фотометруванням за червоного світлофільтру або візуального порівнянням інтенсивності забарвлення в циліндрах Генера. У процесі фотометрування заздалегідь будують калібрувальну криву за екстинкцією стандартних розчинів, а потім за нею визначають вміст амонійного азоту в досліджуваній пробі. У разі візуального визначення інтенсивність забарвлення досліджуваної проби води порівнюють з найближчим за забарвленням стандартним розчином. Стандартний і досліджуваний розчини переливають у циліндри Генера, розглядають їх зверху, і порівнюють інтенсивність забарвлення, відливаючи рідину з циліндра з більш яскравим забарвленням, ніж інше (висота стовпів рідин не повинна відрізнятись більше, ніж на 20%).

Вміст амонійного азоту у воді розраховують за формулою:

$$N = \frac{C \times E \times n}{E_0 \times V} \times 1000,$$

де  $N$  – концентрація амонійного азоту у досліджуваній воді, мг/л;  $C$  – концентрація амонійного азоту в стандартному розчині, мг/л;  $E$  – екстинкція проби;  $E_0$  – екстинкція стандартного розчину;  $n$  – кількість стандартного розчину, мл;  $V$  – об'єм води, взятої для аналізу, мл.

У випадку визначення амонійного азоту в циліндрах Генера його концентрацію розраховують за формулою:

$$N = \frac{X \times h}{H \times V} \times 1000,$$

де  $N$  – концентрація амонійного азоту у досліджуваній воді, мг/л;  $X$  – вміст амонійного азоту в стандартному розчині, мг/л;  $h$  – висота стовпа стандартного розчину;  $H$  – висота стовпа досліджуваної води;  $V$  – об'єм досліджуваної води, мл;

#### **Реактиви:**

1. Дистильована вода без аміаку (дистильовану воду пропускають через катіонит).

2. Розчин гіпоброміту натрію: у склянку з темного скла наливають 100 мл 9%-го розчину NaOH (50 г NaOH розчиняють у 700 мл дистильованої води і випарюють до 500 мл), додають 1,3 мл бром, ретельно струшують і доводять об'єм безаміачною водою до 300 мл; розчин стійкий протягом 10–12 днів.

3. Лужний розчин фенолу: 1 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$  розчиняють у 100 мл безаміачної води. В одержаному розчині тіосульфату натрію розчиняють 9 г NaOH, а потім 18 г перегнаного за  $181^\circ\text{C}$  фенолу. Розчин доводять безаміачною водою до 300 мл. Розчин стійкий протягом 2–3 місяців.

4. Початковий стандартний розчин хлористого амонію: 3,819 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , заздалегідь висушеного за  $105^\circ\text{C}$ , розчиняють у мірній колбі об'ємом 1 л приблизно в 700 мл безаміачної води, додають для консервації 2,0 мл хлороформу і доводять об'єм до мітки безаміачною водою. У 0,1 мл розчину міститься 1,0 мг азоту (або 1,29 мг  $\text{NH}_4^+$ ).

5. Робочий стандартний розчин хлористого амонію: 10 мл початкового стандартного розчину розбавляють безаміачною водою до 1 л. У 1,0 мл цього розчину міститься 0,01 мг азоту ( $0,0129 \text{ мг NH}_4^+$ ).

6. 30%-й розчин сегнетової солі ( $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \times 4\text{H}_2\text{O}$ ): 150 г солі розчиняють у ході нагрівання в 700 мл безаміачної води і випарюють до 500 мл.

7. 50%-й розчин сегнетової солі: 250 г солі розчиняють у 700 мл безаміачної води і випарюють до 500 мл.

### **Лабораторна робота № 14**

#### **Тема: Визначення вмісту загального азоту у воді**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення концентрації загального азоту у воді. Провести самостійні дослідження вмісту загального азоту у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Один зі способів визначення загального азоту в природних водах – ізотермічна дистиляція аміаку, що є модифікацією методу Конвея. Метод простий і застосовний в експедиційних умовах. Як поглинач аміаку використовують сірчану кислоту ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ).

#### **Хід лабораторної роботи**

У конічну колбу з діаметром дна 7 см вносять 15–20 мл досліджуваної води і додають піпеткою з широким кінцем 2,5–3,0 мл насиченого розчину  $\text{K}_2\text{CO}_3$ . На скляну лопатку, укріплену на гумовій пробці, наносять краплю 2 М розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Колбу швидко закривають пробкою з лопаткою і круговими рухами обережно перемішують вміст колби, стежачи, щоб крапля сірчаної кислоти з лопатки не впала на дно колби. Потім колбу поміщають у термостат за температури  $35^\circ\text{C}$  на 1 добу. Після закінчення часу експозиції лопатку обмивають 10 мл безаміачної води і 0,5 мл реактива Несслера, зливаючи рідину в мірну колбу об'ємом 25 мл з притертою пробкою; доводять об'єм суміші в колбі до мітки і перемішують. Через 30 хв суміш фотометрирують на фотоелектроколориметрі з синім світлофільтром за довжини хвилі 450 нм.

Паралельно аналізують досліджувану пробу води з поправкою на реактиви і так само обробляють стандартні розчини хлористого амонію.

Калібрувальну криву будують за стандартними розчинами хлористого амонію.

Вмісту загального азоту розраховують за формулою:

$$N = \frac{C \times E \times n}{E_o \times V} \times 1000,$$

де  $N$  – концентрація загального азоту у досліджуваній воді, мг/л;  $C$  – концентрація азоту у в стандартному розчині, мг/л;  $E_o$  – екстинкція стандартного розчину;  $E$  – екстинкція досліджуваної проби;  $V$  – об'єм досліджуваної води, взятої для аналізу, мл;  $n$  – об'єм стандартного розчину, взятого для приготування робочого стандарту; 1000 – множник для перерахунку на літр води.

### **Реактиви:**

1. Насичений розчин  $K_2CO_3$ .
2. 2 М розчин  $H_2SO_4$ .
3. Стандартний розчин хлористого амонію – основний і робочий (див. лабораторну роботу № 13).
4. Реактив Несслера: 80 г х.ч. KI і 11 г х.ч.  $HgI_2$  розчиняють у 400 мл безаміачної води в колбі об'ємом 1 л. Ретельно перемішують і доводять до 1 л тією ж водою. Після осадження суспензії у темному місці декантують прозорий розчин у темну склянку з притертою пробкою. Реактив має слабкожовте забарвлення. Якщо в склянці з'явиться осад, то для визначення відбирають прозору рідину.

### **Лабораторна робота № 15**

#### **Тема: Визначення біохімічного споживання кисню (БСК) у воді**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення біохімічного споживання кисню у воді. Провести самостійні дослідження показника БСК у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Вміст органічних речовин у природних водах – важливий гідрохімічний показник, що характеризує продукційно-деструкційні процеси у водоймищах, інтенсивність їх самоочищення і процеси, пов'язані з екологічним метаболізмом у водних екосистемах. Існує ряд методів як безпосереднього визначення органічних речовин, так і непрямого, тобто шляхом встановлення певних показників: біохімічного споживання кисню (БСК), окиснюваності, органічного азоту, органічного вуглецю тощо.

БСК – кількість кисню, поглинута аеробними мікроорганізмами за певний проміжок часу для біохімічного розкладання органічних речовин (у першу чергу, нестійких, що легко окиснюються) у природних водах. Звичайно інкубацію проби проводять протягом 5 діб у темному місці за температури  $20^\circ C$  без доступу повітря і позначають показник як  $БСК_5$ . Підвищене споживання кисню мікроорганізмами може мати місце і за високого вмісту у воді гумінових речовин (що важко окиснюються). Тому для правильної оцінки одержаних результатів визначення  $БСК_5$ , їх необхідно зіставляти з величиною перманганатної окиснюваності води (ПО) або зі вмістом органічного вуглецю ( $C_{орг}$ , мг/л). Якщо співвідношення  $БСК_5:ПО$  або  $БСК_5:C_{орг}$  менше 0,5, то у воді переважають стійкі (гумінові) речовини.

Проби, відібрані для визначення БСК не консервують.

#### **Хід лабораторної роботи**

Заздалегідь визначають рН води; якщо показники рН відхиляються від граничних величин 6,0–8,0, то воду необхідно нейтралізувати розчином 0,1 н соляної кислоти або лугу (потрібну кількість кислоти або лугу встановлюють шляхом титрування аліквотного об'єму води). Потім воду переливають у колбу і доводять до температури  $20^\circ C$ , нагріваючи на водяній бані або охолоджуючи,



після чого воду в колбі збовтують протягом 1 хв для насичення її або для видалення надлишку повітря. За допомогою сифона наповнюють 3 склянки з притертими пробками водою наполовину, ополіскують і потім наповнюють доверху. В одну з них додають реактиви Вінклера і визначають розчинений кисень (див. Лабораторну роботу № 4). Дві інші склянки (інкубаційні) ставлять горлом вниз у термостат (закритий від світла) на 5 діб за температури 20°C. Після цього в них визначають розчинений кисень, що залишився, і обчислюють середньо арифметичну величину. Різниця між початковим і кінцевим визначенням, перерахована на 1 л – величина кисню, витраченого на окиснення органічних речовин у досліджуваній воді протягом 5 діб (БСК<sub>5</sub>).

#### **Реактиви Вінклера:**

1. 32%-й розчин  $MnCl_2$ .
2. 32%-й  $NaOH$  + 10%  $KI$  (зберігати їх треба в темному місці, якщо немає  $NaOH$ , можна узяти  $KOH$ , але в 1,5 разу більше).
3. Сірчана кислота  $H_2SO_4$  (1:1).
4. 0,2%-й розчин крохмалю (вживати тільки свіжоприготований).
5. 0,01 н розчин гіпосульфиту натрію ( $Na_2S_2O_3$ ).

### **Лабораторна робота № 16**

#### **Тема: Перманганатна окиснюваність води**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод Кубеля для визначення перманганатної окиснюваності (ПО) води. Провести самостійні дослідження показника ПО у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Величина окиснюваності природних вод характеризує вміст у ній речовин, здатних окиснюватися під дією сильних окиснювачів (біхроматів, перманганатів, йодатів тощо), які можуть бути як органічними, так і деякими неорганічними сполуками. Кількість атомарного кисню (О, мг/л) – окиснювача, витрачена на окиснення речовин, характеризує величину окиснюваності.

Якщо усунути вплив неорганічних домішок (закисного заліза, нітритів, сірководню, сульфідів), що заважають аналізу, або внести поправку на їх концентрацію, то результати визначення окиснюваності дадуть непряме уявлення про вміст у воді органічних речовин. Для кількісного визначення потрібно створити певне середовище, щоб забезпечити проходження необхідних реакцій.

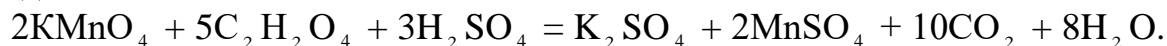
Окиснюваність встановлюють у фільтрованій і нефільтрованій воді. Визначення бажано проводити у свіжовідібраних пробах. Якщо це неможливо, то проби води консервують у скляних пляшках, додаючи 0,1 мл сірчаної кислоти (1:2). Для цього використовують пляшки місткістю 500 мл (обов'язково з притертою пробкою).

Перманганатну окиснюваність речовин, наявних у пробі води, визначають методом Кубеля з 0,01 н розчином перманганату калію ( $KMnO_4$ ) у сірчаноокислому середовищі за умов кип'ятіння. Правильні результати можна одержати в разі надлишку окиснювача: необхідно, щоб до кінця окиснення в

пробі залишалося ще близько 40%  $\text{KMnO}_4$ . У кислому середовищі розпад перманганату і звільнення атомарного кисню, що витрачається на окиснення речовин, виражають такою схемою:



Нормальність перманганату в цій реакції дорівнює відношенню молекулярної ваги до 5. Надлишок перманганату, не витраченого на окиснення речовин, відновлюють певною кількістю щавлевої кислоти ( $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ), яку також додають у надлишку. Реакція між щавлевою кислотою і перманганатом калію проходить за такою схемою:



Надлишок щавлевої кислоти, що залишається після повного відновлення перманганату калію, відтитрують остаточно новою порцією перманганату.

#### **Хід лабораторної роботи**

У конічну колбу поміщають декілька скляних кульок і наливають 100 мл досліджуваної води (якщо вміст речовин, що окиснюються у воді, перевищує 10 мг/л  $\text{O}$ , то пробу необхідно заздалегідь розбавити). Додають 5 мл 25%-го розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$  і ставлять на нагрівальний прилад. Суміш нагрівають так, щоб вона закипіла через 5 хв. На початку кипіння з бюретки додають 10 мл 0,1 н розчину  $\text{KMnO}_4$ . Суміш кип'ятять протягом 10 хв. Колбу під час кип'ятіння накривають скляною лійкою. Якщо досліджувана вода під час кипіння знебарвлюється або стає ясно-бурою, необхідно цю пробу вилити і провести дослідження знову, заздалегідь розбавивши досліджувану воду точно в 2 або 5 разів. Після закінчення кип'ятіння колбу знімають (розчин повинен мати рожевий колір), у киплячу рідину із бюретки додають 10 мл 0,01 н розчину  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ , проба знебарвлюється. Її титрують 0,01 н розчином  $\text{KMnO}_4$  до появи слаборожевого стійкого відтінку від однієї доданої краплі (температура суміші під час титрування не повинна опускатися нижче  $80^\circ\text{C}$ ).

Перевірку нормальності розчину перманганату проводять одночасно з дослідженням проби води. У відтитровану рідину температурою  $50\text{--}60^\circ\text{C}$  додають 10 мл 0,01 н розчину  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$  і титрують 0,01 н розчином  $\text{KMnO}_4$  до появи слаборожевого забарвлення. Нормальність 0,01 н розчину  $\text{KMnO}_4$  визначають за такими формулами:

$$N = \frac{N_0 \times 10}{n}$$

або

$$F \times 0,01 = \frac{10}{n},$$

де  $N$  – справжня нормальність 0,01 н розчину  $\text{KMnO}_4$ ;  $N_0$  – нормальність 0,01 н розчину  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4$ ; 10 – об'єм щавлевої кислоти, мл;  $n$  – об'єм розчину перманганату, мл;  $F$  – поправка для 0,01 н розчину  $\text{KMnO}_4$ .

Щоб ввести поправки на дистильовану воду і частковий саморозпад перманганату внаслідок нагрівання, визначають окиснюваність 100 мл дистильованої води так само, як і досліджуваної. Знайдену величину окиснюваності дистильованої води віднімають від показника окиснюваності досліджуваної води.

Розрахунок проводять за такою формулою:

$$\dot{I}O = \frac{(a+A)+b}{V} \times N \times 8 \times 1000 ,$$

де ПО – показник перманганатної окиснюваності, мг О/л; а – об'єм 0,01 н розчину перманганату, доданого перед кип'ятінням, мл; А – об'єм 0,01 н розчину перманганату, доданого після кип'ятіння, мл; N – справжня нормальність розчину перманганату; b – об'єм 0,01 н розчину перманганату, витрачений на титрування 0,01 н розчин щавлевої кислоти та нейтралізацію залишку невикористаного перманганату калію, мл; V – об'єм досліджуваної рідини (об'єм дистильованої води, використаної для розбавлення проби не враховують); 1000 – множник для перерахунку на 1 л води.

Якщо окиснюваність визначають у розбавленій пробі, то під час обчислення враховують кількість перманганату, витраченого на окиснення дистильованої води, взятої для розбавлення.

$$\dot{I}O = \frac{(a+A)-b-x}{V} \times N \times 8 \times 1000$$

або

$$\dot{I}O = \frac{(a+A)-b-x}{V} \times F \times 0,08 \times 1000 ,$$

де x – об'єм розчину перманганату, витраченого на окиснення дистильованої води, мл; F – поправка на 0,01 н розчин перманганату; 0,08 – кількість кисню, яка відповідає 1 мл 0,01 н розчину перманганату.

#### **Реактиви:**

1. 0,01 н розчин перманганату калію: 0,316 г  $\text{KMnO}_4$  розчиняють у мірній колбі на 1 л дистильованою водою.

2. 0,01 н розчин щавлевої кислоти: 0,63020 г  $\text{C}_2\text{H}_2\text{O}_4 \times 2\text{H}_2\text{O}$  розчиняють у мірній колбі на 1 л; для консервації розчину у ту ж колбу вносять 30 мл 25%-ї сірчаної кислоти так, щоб загальний об'єм щавлевої кислоти не перевищував 1 л.

3. 25%-й розчин сірчаної кислоти: розбавляють один об'єм концентрованої сірчаної кислоти в трьох об'ємах дистильованої води (кислоту додають у воду дуже обережно!).

4. Дистильована вода без органічних речовин: дистильовану воду перегоняють з  $\text{KMnO}_4$  спочатку в слабколужному середовищі, потім – в слабкокислому ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ). Колбу закривають трубкою з ватяним тампоном.

## Лабораторна робота №17

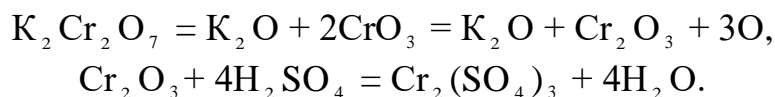
### Тема: Біхроматна окиснюваність води

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення біхроматної окиснюваності (БО) води. Провести самостійні дослідження показника БО у пробах води.

### Теоретичні відомості

Використання біхромату як окиснювача сприяє повнішому (більше, ніж у 2 рази) окисненню речовин у досліджуваній воді, порівняно з перманганатом. Визначення окиснюваності за цим методом засноване на окисненні біхроматом органічних речовин і мінеральних відновлених сполук у процесі кип'ятіння із сірчаною кислотою (50% загальної суміші) і каталізатором  $\text{Ag}_2\text{SO}_4$ . Сірчаноокисле срібло зв'язує наявні в природній воді хлориди, що заважають визначенню. В іншому випадку частина біхромату під час кип'ятіння буде витрачена на окиснення хлоридів. Аналіз проводять у свіжовідібраних або консервованих пробах (2 мл 50%-ї сірчаної кислоти на кожні 100 мл досліджуваної води).

У ході хімічних реакцій біхромат руйнується з виділенням кисню, який витрачається на окиснення речовин у пробі води. Схематично цей процес можна виразити так:



Нормальність біхромату під час цієї реакції дорівнює відношенню молекулярної ваги до 6.

Принцип даного методу полягає в тому, що до певної кількості досліджуваної води додають відому кількість біхромату, а той, що залишився, тобто не прореагував, відтитрують. За кількістю біхромату калію, витраченого на окиснення, обчислюють окиснюваність.

### Хід лабораторної роботи

100–200 мл досліджуваної води (залежно від вмісту в ній органічних речовин) випаровують у конічній колбі об'ємом 250–300 мл. Випаровування здійснюють порціями, щоб сухий залишок не розподілявся по всій колбі. Після доливання останньої порції води (холодної) додають сірчаноокисле срібло (до 100 мг). Колбу з останнім невеликим (близько 5 мл) об'ємом досліджуваної води переносять у в сушильну шафу і випаровують за температури  $70^\circ\text{C}$ . До сухого залишку в колбі додають 10 мл сірчанохромової суміші. Її треба брати в надлишку (щоб до кінця кип'ятіння біхромату залишалось не менше 50% початкової кількості). Сірчанохромова суміш погано тече, тому її краще брати перевіреною бюреткою або піпеткою так, щоб 10 мл суміші стікало за певний проміжок часу (1 хв за секундоміром). Вміст колби перемішують, горло закривають ковпачком-холодильником або лійкою, колбу ставлять на заздалегідь нагріту до  $140\text{--}180^\circ\text{C}$  піщану баню. Одночасно на баню поміщають і колбу з досліджуваною пробою води, в яку додано 10 мл розчину біхромату і 100 мг сірчаноокислого срібла.

Вміст колби рівномірно кип'ятять протягом 5 хв, після чого охолоджують. Далі ковпачок-холодильник або лійку обполіскують в колбу 10 мл дистильованої води. Стінки і краї колби теж змивають цією ж водою. Вміст колб охолоджують до кімнатної температури. Перед титруванням в розчин вносять 8 крапель індикатора дифеніламіну і додають 2 мл 80%-ї фосфорної кислоти. Остання усуває вплив іонів окисного заліза і підсилює перехід забарвлення. Потім титрують 0,2 н розчином солі Мора. У міру додавання солі Мора буре забарвлення рідини переходить у фіолетове. Закінчується титрування залишкової кількості сірчанохромової суміші, не витраченої на окислення, за швидкого переходу кольору рідини з брудно-фіолетового в смарагдово-зелений. Титрування ведуть дуже обережно, оскільки забарвлення змінюється різко.

Нормальність солі Мора визначають за такою схемою. У конічну колбу об'ємом 200–250 мл відміряють 20 мл 0,2 н розчину біхромату калію, потім додають 10 мл сірчаної кислоти (1:1), 2 мл фосфорної кислоти, 7 крапель дифеніламіну. Потім титрують 0,2 н розчином солі Мору  $(\text{NH}_4)_{2\text{Fe}}(\text{SO}_4)_2$  до переходу забарвлення із синьо-фіолетового в брудно-фіолетове, яке швидко змінюється на фісташково-зелене.

Нормальність солі Мора розраховують за формулою:

$$N = \frac{N_0 \times 20}{n},$$

де N – нормальність розчину солі Мору;  $N_0$  – нормальність розчину біхромату калію; 20 – об'єм 0,2 н розчину біхромату, мл; n – об'єм солі Мора, витрачений на титрування, мл.

Величину біхроматної окиснюваності визначають за формулою:

$$\hat{A}I = \frac{A-a}{V} \times 8 \times N \times 1000,$$

де БО – показник біхроматної окиснюваності, мг О/л; a – об'єм солі Мору, витрачений на титрування контрольної проби, мл; A – об'єм солі Мору, витраченого на титрування досліджуваного зразка, мл; n – нормальність розчину солі Мору; V – об'єм досліджуваної води; 8 – еквівалент кисню, відповідний одній нормальності.

#### **Реактиви:**

1. Сірчанохромова суміш: 20 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  розчиняють у 500 мл дистильованої води; потім обережно додають 500 мл концентрованої сірчаної кислоти. Її слід заздалегідь прокип'ятити під тягою для окиснення домішок органічних речовин.

2. 0,2 н розчин солі Мора: 78,6 г  $(\text{NH}_4)_{2\text{Fe}}(\text{SO}_4)_2$  розчиняють дистильованою водою в мірній колбі об'ємом 1 л, додають туди 40 мл концентрованої сірчаної кислоти. Розчин фільтрують і зберігають в екзикаторі.

3. Дифеніламін: 0,5 г солі розчиняють у 100 мл концентрованої сірчаної кислоти і потім змішують із 20 мл дистильованої води (кислоту додають у воду).

4. 0,2 н розчин біхромату калію: 9,804 г  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$  (двічі перекристалізованого, висушеного між листами фільтрувального паперу до

постійної ваги у сушильній шафі за температури 110-120°C) розчиняють у мірній колбі об'ємом 1 л.

5. 20%-й розчин сірчаної кислоти (1:3): до 75 мл дистильованої води додають 25 мл концентрованої сірчаної кислоти (обережно).

6. 85%-на фосфорна кислота, х.ч.

### **Лабораторна робота № 18**

#### **Тема: Визначення вмісту органічного азоту у воді**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення вмісту органічного азоту у природних водах. Провести самостійні дослідження вмісту органічного азоту у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Азот, що міститься в амінокислотах, пептидах, білках та інших природних і синтетичних органічних сполуках, визначають сумарно в ході одного аналізу. Кількісний вміст азоту вказує на ступінь забрудненості водоймища. Зіставлення результатів визначення концентрації аміаку, нітритів і нітратів і органічного азоту вказує на здатність водоймища до самоочищення. За величиною відношення вмісту органічного вуглецю і органічного азоту можна орієнтовно визначити походження органічних речовин у природних водах. В органічній речовині ґрунтового походження індекс цього співвідношення близький до 10, планктонного – менше 10, тваринного походження – суттєво менше 10.

Органічний азот у поверхневих водах визначають у вигляді аміаку після розкладання органічних речовин шляхом нагрівання проби з сірчаною кислотою за наявності 30%-го перекису водню нагріванні проби води з сірчаною кислотою органічно зв'язаний азот переходить в гідросульфат амонію. Якщо органічний азот визначають не відразу після відбору проби, пробу консервують, додаючи 1 мл концентрованої сірчаної кислоти або 2–4 мл хлороформу на 1 л рідини.

Органічний азот визначають за колориметричним методом, що є модифікацією методу К'ельдаля. Заснований він на прискореному спалюванні органічних речовин спочатку сірчаною кислотою, а потім після випаровування проби води з 30%-м розчином перекису водню до знебарвлення суміші. Тривалий процес відгонки, що має місце в методі К'ельдаля, замінений на простіше і швидше колориметричне визначення індофенолового барвника, що утворився після проведення фенолят-гіпобромітної реакції та екстракції хлороформом.

#### **Хід лабораторної роботи**

Колбу К'ельдаля з пробєю об'ємом 25 мл і 0,5 мл концентрованої сірчаної кислоти (питома вага 1,84, кислоту підливати обережно!) встановлюють на електричній плиті в похилому положенні у витяжній шафі і випарюють розчин до появи випару  $\text{SO}_3$ . Потім колбу злегка охолоджують і, перемішуючи суміш, додають у неї краплями 30%-й розчин перекису водню до переходу забарвлення суміші від темно-коричневого кольору до оранжево-жовтого. Після цього колбу закривають скляною лійкою або ковпачком і нагрівають протягом 30 хв до повного знебарвлення. Після спалювання органічних речовин пробу кількісно

переносять безаміачною водою в мірну колбу об'ємом 50 мл. Доводять до мітки і розчин переносять в ділильну лійку місткістю 100 мл, додають 2,0 мл 40%-го розчину їдкого натру і остаточно встановлюють рН 6–7 додаванням 0,01 н розчину їдкого натру, використовуючи бромотимоловий синій як зовнішній індикатор. Після цього проводять фенолят-гіпобромітну реакцію, для чого в ділильну лійку додають 3,0 мл лужного розчину фенолу і 15 мл гіпоброміту калію. Вміст лійки обережно перемішують. Індифеноловий барвник блакитного кольору, що утворюється, екстрагують хлороформом. З цією метою у лійку вносять 5,0 мл хлороформу, ретельно збовтують і додають 2,5 н розчин соляної кислоти до рН 3,0, застосовуючи бромфеноловий синій як зовнішній індикатор. Після введення кислоти лійку збовтують протягом 2 хвилин.

Забарвлений у рожевий колір хлороформ зливають у ділильну лійку місткістю 50 мл, додають 5 мл 0,3%-го розчину їдкого натру і збовтують. Водний шар, що набув блакитного кольору, фотометрують за червоного світлофільтра в кюветі з товщиною досліджуваного шару 10 мм. Паралельно аналізують контрольну пробу, яка містить тільки реактиви. Готують шкалу стандартних розчинів хлористого амонію в межах очікуваної концентрації органічного азоту.

Початкову концентрацію органічного азоту визначають за калібрувальною кривою, побудованою за оптичною густиною забарвлених стандартних розчинів.

Вміст органічного азоту розраховують за формулою:

$$N = \frac{C \times E \times n}{E_0 \times V} \times 1000 ,$$

де  $N$  – концентрація органічного азоту у досліджуваній воді, мг/л;  $C$  – концентрація азоту у в стандартному розчині хлористого амонію, мг/л;  $E$  – екстинкція досліджуваної проби;  $E_0$  – екстинкція стандартного розчину;  $V$  – об'єм досліджуваної води, взятої для аналізу, мл;  $n$  – об'єм стандартного розчину хлористого амонію; 1000 – множник для перерахунку на літр води.

Калібрувальну криву будують таким чином. У мірні колби місткістю 50 мл відмірюють піпеткою 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0; 20,0 мл робочих стандартних розчинів хлористого амонію і доводять об'єм до мітки безаміачною водою. Концентрація аміачного азоту в цьому ряду стандартних розчинів становить відповідно: 0,05; 0,10; 0,20; 0,40; 0,60; 0,80; 1,00; 2,00 мг/л. Далі проводять всі операції і додають реактиви в тій же послідовності, що й під час дослідження проби води. Екстинкція стандартних розчинів у процесі визначення інтенсивності забарвлення на фотоелектроколориметрі – концентрація азоту (мг/л), тобто точка на калібрувальній кривій.

#### **Реактиви:**

1. Безаміачна вода. Готують пропусканням звичайної дистильованої води через катіоніт.

2. Стандартні розчини:

а) основний – 0,955 г хлористого амонію розчиняють безаміачною водою в мірній колбі об'ємом 500 мл і доводять до мітки. Для консервації додають 1 мл хлороформу. 1 мл цього розчину містить 0,5 мг азоту;

б) робочий – 5,0 мл основного розчину розбавляють безаміачною водою в мірній колбі об'ємом 500 мл, доводять до мітки і додають 1 мл хлороформу для консервації. 1 мл розчину містить 0,005 мг азоту.

3. 40%-й розчин їдкого натру.

4. Концентрована сірчана кислота (питома вага 1,84).

5. Гіпоброміт натрію: до 400 мл 9%-го розчину їдкого натру додають 5,2 мл розчину бром. Суміш ретельно струшують у склянці з темного скла і розбавляють безаміачною водою до 1200 мл. Вміст NaOBr в одержаному розчині повинен бути близько 1,5%; концентрація вільного луку – близько 0,6 н. Розчин придатний для використання 10–12 днів.

6. Лужний розчин фенолу (фенолят натрію): у 100 мл безаміачної води розчиняють 1 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \times 5\text{H}_2\text{O}$ , що слугує стабілізатором, вводять 9 г їдкого натру і після його розчинення додають 18 г свіжоперегнаного фенолу. Суміш розбавляють безаміачною водою до 300 мл. Розчин придатний для використання 2–3 місяці.

7. Хлороформ.

8. 2,5 н розчин соляної кислоти.

## **Лабораторна робота № 19**

### **Тема: Визначення вмісту органічного вуглецю у воді**

**Мета роботи:** засвоїти лабораторний метод визначення вмісту органічного вуглецю у природних водах. Провести самостійні дослідження вмісту органічного вуглецю у пробах води.

#### **Теоретичні відомості**

Загальний вміст органічних речовин у природних водах з достатньою точністю визначаються за органічним вуглецем.

Суть відомих у даний час методів виявлення загального органічного вуглецю в природних водах зводиться до кінцевого встановлення двооксиду вуглецю, що утворюється в процесі спалювання («мокре спалювання») органічних речовин проби води. Найчастіше двооксид вуглецю визначають ІЧ-спектрофотометричним методом. Водночас із цим за кімнатної температури обробляють пробу води кислотою. Двооксид вуглецю, що виділяється з неорганічних сполук, визначають окремо або поглинають не визначаючи, оскільки в остаточний результат входить тільки вміст його від органічних речовин.

Метод «мокрого спалювання» точний, проте, вимагає значного часу. Він дозволяє визначити від 3 до 400 мг органічного вуглецю в 1 л природної води. Проби для аналізу органічного вуглецю консервують шляхом додавання 1 мл концентрованої сірчаної кислоти в 1 л проби. Вплив хлоридів, які заважають аналізу, усувають поглинанням хлору розчином йодиду.

У 1964 р. Мензель і Віккаро розробили новий метод визначення органічного вуглецю в морській воді. Суть його полягає в окисненні персульфатом органічної речовини в певному об'ємі води, що знаходиться в запаяних ампулах, і подальшим детектуванням утвореного двооксиду вуглецю в інфрачервоному газоаналізаторі.



У 1967 р. Кюрль і Деві дещо модифікували метод. Це дозволило усунути втрати газу через місце введення голки в лезинові й вінілові трубки під час приєднання ампули до системи приладу.

У 1972 р. Бікбулатов і Скопінцев видозмінили метод Мензеля-Віккаро і застосували його до визначення сумарного вуглецю в прісних водах.

#### **Хід лабораторної роботи**

Ампули готують з молібденового скла загальним об'ємом близько 10 мл. Вимиту хромовою сумішшю і висушену ампулу продувають очищеним від двооксиду вуглецю і органічних забруднень повітрям. У неї піпеткою вносять 5 мл досліджуваної води. На внутрішню стінку ампули спеціальною ложечкою насипають 500 мг персульфату калію, зверху піпеткою наносять 1–2 краплі концентрованої фосфорної кислоти. Ампулу негайно запаюють над полум'ям газового пальника з повітряним піддуванням. Після охолодження вміст ампули перемішують. Для окиснення органічної речовини всі заготовлені ампули поміщають у теплу водяну баню, нагрівають її до 98°C і підтримують температуру протягом години. Потім ампули охолоджують, промивають зовні сірчано-хромовою сумішшю, дистильованою водою і висушують. У такому вигляді їх зберігають до аналізу.

За малого вмісту у воді органічної речовини (менше 1 мг вуглецю в 1 л води) і за відносно значної лужності визначення органічного вуглецю краще проводити після видалення з води (видування) неорганічного двооксиду вуглецю. У такому випадку в ампулу з досліджуваною водою, слід ввести 1–2 краплі концентрованої фосфорної кислоти, видути очищеним повітрям двооксид вуглецю, додати персульфат калію і виконати подальші операції.

Паралельно обов'язково проводять аналіз контрольної проби для внесення поправки на реактиви.

Двооксид вуглецю, що утворюється в результаті спалювання органічних речовин і надходить у систему приладу, поглинається 0,02 н розчином бариту і через 1 год надлишок бариту відтитрують 0,01 н розчином соляної кислоти.

#### **Список рекомендованої літератури**

1. Алекин, О. А. Основны гидрохимии. [Текст] / О.А.Алекин. – Л. : Гидрометиздат, 1970.
2. Горев, Л. М. Гідрохімія України. [Текст] / Л. М. Горев, В. І.Пелешенко, В. К. Хільчевський. – К.: Вища шк., 1995.
3. Пелешенко, В. І., Хільчевський В.К. Загальна гідрохімія: підручник / В. І. Пелешенко, В. К. Хільчевський. – К.: Либідь, 1997.
4. Хільчевській, В. К. Методи визначення хімічного складу природних вод. [Текст] / В. К. Хільчевській, В. І. Пелешенко. – К. : ВПЦ "Київ. ун-т", 1993.
5. Гидрология и гидрохимия Днепра и его водохранилищ / А. И. Денисова, В. М. Тимченко, Е. П. Нахшина. – К.: Наук. думка, 1989.
6. Методика екологічної оцінки якості поверхневих вод за відповідними категоріями. [Текст] / В.Д.Романенко та ін. – К.: СИМВОЛ-Т, 1998.
7. Аналітична хімія поверхневих вод. [Текст] / Б. Й. Набиванець, В. І. Осадчий, Н. М. Осадча, Ю. Б. Набиванець. – К., 2005.