



ОРГАНІЗАЦІЯ ОБ'ЄДНАНИХ  
НАЦІЙ З ПИТАНЬ ОСВІТИ,  
НАУКИ І КУЛЬТУРИ



МАЛА АКАДЕМІЯ  
НАУК УКРАЇНИ  
ПІД ЕГІДОЮ ЮНЕСКО

Міністерство освіти і науки України  
Національна академія наук України  
Національний центр  
«Мала академія наук України»

**О. Л. Толстов, І. М. Бей**

# ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ОСВІТНІЙ ПРОЕКТ «ЕКОЛОГІЧНА ІНСПЕКЦІЯ»

Методичні вказівки та робочий зошит  
для проведення практичних занять

# ВОДА



Київ – 2019

Міністерство освіти і науки України  
Національна академія наук України  
Національний центр «Мала академія наук України»

**О.Л. Толстов, І.М. Бей**

**ВСЕУКРАЇНСЬКИЙ ОСВІТНІЙ ПРОЕКТ  
«ЕКОЛОГІЧНА ІНСПЕКЦІЯ»**

**Методичні вказівки та робочий зошит  
для проведення практичних занять**

**ВОДА**

**Київ – 2019**

**Укладачі:** старший науковий співробітник Інституту хімії високомолекулярних сполук НАН України, кандидат хімічних наук **Олександр Леонідович Толстов**

науковий співробітник Інституту хімії високомолекулярних сполук НАН України, кандидат хімічних наук **Ірина Миколаївна Бей**

**Методичні вказівки та робочий зошит для проведення практичних занять в рамках Всеукраїнського освітнього проекту «Екологічна інспекція». Розділ «Вода» / О.Л. Толстов, І.М. Бей. – К., 2019. - 39 с.**

Методичні вказівки та робочий зошит призначено для проведення практичних занять в рамках Всеукраїнського освітнього проекту з моніторингу екологічного стану України «Екологічна інспекція», що заснований НЦ МАН за підтримки компанії Dow Chemicals.

Даний збірник містить методичні вказівки для проведення навчально-дослідних робіт з визначення окремих показників якості води учнями 8-11 класів загальноосвітніх навчальних закладів. Матеріали практикуму можуть бути використані учнями при проведенні науково-дослідницьких робіт за шкільною програмою, при плануванні та виконанні дослідницьких проектів в межах робіт хімічних (хіміко-біологічних) секцій позашкільної освіти при загальноосвітніх, академічних установах, наукових центрах.

## ЗМІСТ

	Стор.
<b>Вступ</b>	4
Хімічні реактиви і правила роботи з ними	5
Правила роботи і техніка безпеки в лабораторії	5
Перша допомога при нещасних випадках	8
<b>РОЗДІЛ 1. Електрохімічні методи аналізу</b>	9
Робота 1.1. Визначення водневого показника води (рН-метрія)	10
Робота 1.2. Визначення загального вмісту солей (кондуктометрія)	11
<b>РОЗДІЛ 2. Мікрохімічний аналіз природної води</b>	13
Робота 2.1. Мікрокристалоскопічні дослідження іонного складу води	13
<b>РОЗДІЛ 3. Об'ємні методи аналізу</b>	17
Робота 3.1. Визначення загальної жорсткості води за допомогою комплексонометричного титрування	17
Робота 3.2. Комплексонометричне визначення вмісту іонів $\text{Ca}^{2+}$ та $\text{Mg}^{2+}$	19
Робота 3.3. Визначення вмісту кисню, розчиненого у воді	21
Робота 3.4. Визначення вмісту органічних речовин у воді. Окиснюваність природної води	24
<b>РОЗДІЛ 4. Колориметричні методи аналізу</b>	29
Робота 4.1. Фотометричне визначення загального вмісту Феруму	29
Робота 4.2. Фотометричне визначення вмісту Фосфору	33
Робота 4.3. Якісне визначення нітрат-іонів в природних об'єктах	36
Робота 4.4. Якісне визначення сірководню (сульфід-іонів) в природній воді	38

## ВСТУП

Всеукраїнський освітній проект з моніторингу екологічного стану України «Екологічна інспекція» для учнів 8-11 класів загальноосвітніх навчальних закладів в першу чергу покликаний привернути увагу молоді до проблем навколишнього середовища і головною його місією є формування екологічної культури дітей на основі проведення досліджень екологічної ситуації в регіонах України. Об'єктами дослідження в межах даного проекту є повітря, вода (в першу чергу з природних водойм) та ґрунт. Проект передбачає визначення основних показників якості води (загальна жорсткість, вміст окремих елементів та речовин, показник окиснення тощо), визначення складу повітря та вміст в ньому окремих газів-забруднювачів, вивчення ґрунтів (визначення типу ґрунту, вміст гумусу тощо). Під час роботи за програмою проекту учні отримують навички роботи з сучасним аналітичним обладнанням, хімічним посудом, лабораторним приладдям, знайомляться з теоретичним підґрунтям та опановують практичні методи аналітичної хімії (якісний та кількісний аналіз, експрес-аналіз), а також напівавтоматичні інструментальні методи аналізу (фотометрія, рН-метрія, гравіметрія тощо).

Даний методичний посібник містить практичні роботи, присвячені дослідженню води. Учні отримують уявлення про методи визначення окремих показників якості води, їх внесок в оцінку загального стану навколишнього середовища, фактори, що впливають на якість води. В процесі виконання науково-дослідних робіт учні отримують знання та навички з виконання практичних досліджень, правил проведення експерименту в хімічній лабораторії. Для свідомого виконання лабораторних робіт, наведених в посібнику, учням необхідно мати та вміти застосовувати знання з різних розділів шкільної програми, що стосуються властивостей хімічних елементів та основних класів хімічних сполук, основ органічної хімії та колоїдної хімії, основних фізико-хімічних явищ.

Науково-дослідницькі роботи в збірнику складаються з:

1. теми роботи;
2. опису роботи, що містить перелік обладнання та реагентів, послідовність виконання операцій, ретельне проведення яких забезпечує успішне виконання експерименту та його безпечність;
3. заключної частини, де виконавці записують послідовність дій, свої спостереження, висновки, проводять необхідні розрахунки. Також містить блок контрольних запитань, на які необхідно дати відповіді після проведення експерименту.

## ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ І ПРАВИЛА РОБОТИ З НИМИ

Хімічними реактивами називають речовини, які використовують для проведення хімічних реакцій, застосовують для аналізу і синтезу речовин.

В залежності від ступеня чистоти хімічні реактиви класифікують на технічні («тех.»), чисті («ч.»), чисті для аналізу («ч.д.а.»), хімічно чисті («х.ч.»), особливо чисті («ос.ч.»). Чистота хімічних реактивів та кількість домішок регламентується Державними стандартами (ДСТ) та технічними умовами (ТУ) їх одержання. Для більшості хімічних експериментів використовують реактиви кваліфікації «ч.», «ч.д.а.» або «х.ч.».

При роботі з хімічними реактивами необхідно дотримуватись наступних правил:

- реактиви зберігають у закритих кришками склянках для запобігання їх забруднення;
- для проведення досліду розчини та тверді речовини беруть у таких кількостях, яких вимагає методика експерименту;
- тверді реактиви обережно відбирають шпателем; розчини або реактиви, що знаходяться у рідкому стані – піпетками або крапельними дозаторами;
- надлишок реактиву не висипають і не виливають у посуд, з якого він був взятий, щоб запобігти забрудненню реактивів;
- концентровані розчини кислот та лугів, токсичних речовин знаходяться в витяжній шафі, де з ними і працюють.

При роботі в хімічній лабораторії необхідно дотримуватися певних правил і вимог техніки безпеки.

## ПРАВИЛА РОБОТИ І ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ

### *Загальні положення*

1. В хімічній лабораторії *категорично забороняється вживати їжу та напої.*
2. Перед початком роботи необхідно перевірити справність лабораторного обладнання та допоміжних приладів, цілісність хімічного посуду, наявність засобів індивідуального захисту. *Категорично забороняється працювати з несправним обладнанням.*
3. Перед початком кожного заняття в лабораторії необхідно зрозуміти мету роботи, ознайомитися з її теоретичним обґрунтуванням та порядком проведення. Приступати до виконання практичної роботи можна лише після дозволу викладача.
4. Під час роботи в лабораторії необхідно підтримувати чистоту і порядок на робочому місці, а також дотримуватись правил техніки безпеки. Безладдя та неакуратність при виконанні хімічних операцій часто призводять до нещасних випадків, пошкодження обладнання, реактивів та одягу, необхідності повторення експерименту.

5. Робота повинна бути організована таким чином, щоб при виконанні тривалих хімічних операцій, одночасно можна було б виконувати й іншу супутню роботу, яка передбачена порядком проведення експерименту.

6. *Основні правила роботи в хімічній лабораторії:*

6.1. Хімічні реактиви, дистильовану воду, газ, електричну енергію в лабораторії слід використовувати економно.

6.2. При використанні обладнання слід дотримуватись відповідних інструкції з експлуатації.

6.3. При роботі зі скляним хімічним посудом та обладнанням слід бути обережними і не застосовувати надмірної сили.

6.4. Не можна нагрівати пробірки з розчинами реагуючих речовин безпосередньо на відкритому полум'ї пальника, щоб запобігти розбризкуванню рідини, що може призвести до нещасних випадків та втрати досліджуваного розчину. Пробірки необхідно нагрівати на водяній бані, направляючи отвори в сторону від себе та інших працюючих. Не можна дивитись зверху в пробірку з рідиною, яку нагрівають.

6.5. У тих випадках, коли виникає необхідність перевірити запах речовин у пробірках чи склянках, в яких зберігаються рідини, необхідно легким рухом долоні руки направити потік повітря від посуду з реактивом до себе і обережно понюхати.

6.6. Всі роботи з речовинами, при взаємодії яких утворюються шкідливі для організму гази, речовини з неприємним запахом, необхідно проводити в витяжній шафі. *Категорично забороняється працювати з вказаними речовинами на робочому місці.*

6.7. Відпрацьовані розчини кислот, лугів тощо необхідно зливати в спеціально призначений посуд. Розчини, які містять сполуки Аргентуму, Меркурію, Церію, Плюмбуму необхідно зливати в окремий посуд для їх подальшої регенерації.

6.8. Необхідно пам'ятати, що більшість реакцій відбувається лише при створенні відповідних умов. Тому реактив слід додавати лише в спеціально підготовлений досліджуваний розчин (створене необхідне середовище, досягнута потрібна температура тощо). Якщо реакція перебігає в кислому або лужному середовищі, то не слід додавати неконтрольований об'єм розчину кислоти або лугу до досліджуваного розчину. Рідину необхідно ретельно перемішати і краплями додавати розчин кислоти або лугу, кожного разу перемішуючи суміш склянкою паличкою та контролюючи рН середовища, торкаючись цією паличкою індикаторного папірця.

6.9. Якщо необхідно перевірити можливість утворення осаду, то до пробірки вносять 2-3 краплі розчину, що аналізують, та 2-3 краплі реактиву.

6.10. Для забезпечення повноти осадження, після додавання реактиву і утворення осаду, необхідно перевіряти повноту осадження в окремій порції фільтрату. Якщо в контрольній пробі все ще спостерігається утворення осаду, осаджувач додають до основного реакційного середовища вводять додаткову порцію осаджувача. При

повному осадженні контрольна проба фільтрату не повинна давати позитивну реакцію з осаджувачем.

6.11. Як правило, осаджування проводять при нагріванні, що забезпечує утворення крупнозернистого осаду, який легко відокремлюється від розчину.

#### *7. Робота з кислотами і лугами*

7.1. Під час роботи з концентрованими кислотами та лугами необхідно бути обережним та слідкувати за тим, щоб вони не потрапили в очі, на шкіру і одяг.

7.2. При розведенні концентрованої сульфатної кислоти необхідно *обережно маленькими порціями приливати кислоту до води, а не навпаки*. Це пов'язано з тим, що при розведенні сульфатної кислоти виділяється велика кількість тепла, розчин може закипіти, почати розбризкуватись і завдати шкоди.

7.3. При переливанні великих об'ємів концентрованих кислот та лугів необхідно:

- одягнути гумові рукавички, фартух і захисні окуляри;
- балони з рідинами, що вставлені в корзини, помістити на підставку, а потім поволі нахилити і переливати крізь лійку в добре вимиті та висушені склянки;
- необхідні об'єми розчинів кислот та лугів слід відміряти піпеткою з використанням гумового балончику (груші);
- тверді луги та кислоти необхідно набирати за допомогою шпателя; при їх подрібненні очі слід захищати спеціальними окулярами.

#### *8. Робота зі шкідливими і отруйними речовинами*

8.1. При роботі зі шкідливими і отруйними речовинами (ціаніди, солі Барію, Меркурію, Плюмбуму, Арсенію, Купруму, металічна ртуть тощо) необхідно слідкувати за тим, щоб шкідливі або отруйні речовини не потрапили в організм (через шкіру, дихальні шляхи, шлунково-кишковий тракт).

8.2. Після роботи з такими речовинами необхідно добре вимити руки.

8.3. Заповнені ртуттю прилади необхідно розміщувати на спеціальні підставки-піддони, щоб у випадку пошкодження приладів основна маса ртуті потрапила на підставку, а не на робочий стіл чи підлогу. Якщо ртуть розлилась, її треба швидко та обережно зібрати механічним способом, за допомогою мідного дроту або пластинки, а потім засипати сіркою або залити розчином  $FeCl_3$ .

#### *9. Робота з горючими та легкозаймистими речовинами*

9.1. В лабораторії, в якій проводяться роботи з горючими та легкозаймистими речовинами забороняється використання відкритого полум'я. Горючі, легкозаймісті і леткі речовини не можна зберігати близько від джерел полум'я або сильно нагрітих електричних приладів (термостати, електричні печі, тощо). У лабораторії ці речовини необхідно зберігати в щільно закритих склянках невеликого об'єму.

9.2. Під час роботи з діетиловим етером, спиртами, бенzenом та іншими легкозаймистими речовинами, їх нагрівання проводять у витяжній шафі на водяній бані в колбі з зворотним холодильником.



9.3. Лужні метали спалахують при контакті з водою. Тому їх слід обов'язково зберігати під шаром вільного від води і вологи гасу або спеціальної олії. Під час роботи з металічними натрієм або калієм необхідно уникати їх контакту з водою. Після закінчення роботи залишки цих металів потрібно перенести в спеціально призначені для цього склянки.

#### *10. Ліквідація осередків займання в лабораторії*

При виникненні пожежі в лабораторії необхідно негайно вимкнути всі електричні прилади і перекрити подачу газу. Місце пожежі необхідно засипати піском або накрити протипожежною ковдрою і загасити вогонь за допомогою вогнегасника. Застосовувати воду для гасіння пожежі в лабораторії треба обережно, тому що вода в деяких випадках сприяє збільшенню пожежі.

### **ПЕРША ДОПОМОГА ПРИ НЕЩАСНИХ ВИПАДКАХ**

Необхідно зазначити, що суворе дотримання інструкцій з охорони праці та правил техніки безпеки в хімічній лабораторії, а також обережне поводження з хімічними речовинами, посудом та обладнанням дозволяє попередити нещасні випадки (опіки, поранення, отруєння тощо).

*Якщо нещасний випадок все ж трапився, потерпілому необхідно надати першу допомогу:*

1. При потраплянні на шкіру кислот, пошкоджене місце слід інтенсивно промити чистою холодною водою, а потім обробити 1 % розчином харчової соди,  $\text{NaHCO}_3$ , для нейтралізації залишків кислоти.

2. При потраплянні на шкіру розчинів лугів пошкоджене місце промивають чистою холодною водою, а потім розбавленими розчинами оцтової або лимонної кислоти, або насиченим розчином борної кислоти.

3. При потраплянні на шкіру фенолу, бромю і подібних їм агресивних речовин необхідно негайно промити пошкоджене місце відповідними органічними розчинниками (спирт, бутилацетат тощо).

4. При отруєнні хлором, бромом, оксидами нітрогену потерпілому необхідно дати вдихати пари розведеного розчину амоніаку і випити молоко.

5. При термічних опіках шкіри на пошкоджену ділянку необхідно накласти стерильну пов'язку і доправити потерпілого до лікарні.

6. При порізах необхідно обережно промити рану 3 % водним розчином перекису водню (або обробити шкіру навколо рани спиртовим розчином йоду) і накласти стерильну пов'язку.

7. За необхідності після надання першої допомоги потерпілому, його доправляють до лікарні.

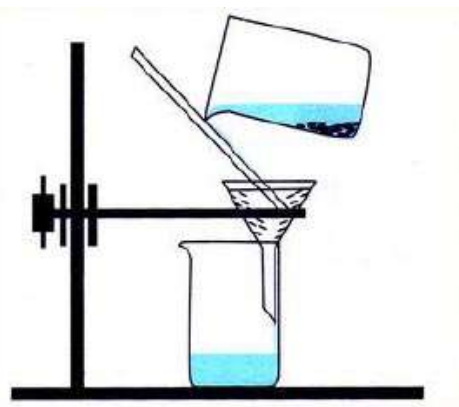
## РОЗДІЛ 1

### ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

*Електрохімічні методи аналізу* – група методів, що базуються на вимірюванні та реєстрації електричних параметрів (електропровідності, потенціалу електрода, кількості електрики, сили струму та ін.), величини яких функціонально пов'язані зі значенням концентрацій компонентів, що аналізують. При цьому, електрохімічні процеси можуть відбуватися як на самих електродах, що перебувають у контакті з досліджуваними речовинами, так і у міжелектродному просторі. До електрохімічних належать такі поширені в хімічному аналізі методи як *потенціометрія*, що ґрунтується на вимірюванні електрохімічного потенціалу електрода в розчині досліджуваної речовини (одним з варіантів потенціометрії є визначення водневого показника води рН) та *кондуктометрія* – метод, оснований на використанні залежності електричної провідності розчинів електролітів від їх концентрації (кондуктометрія застосовується для швидкого визначення концентрації розчинів солей, кислот, основ, для контролю складу деяких промислових розчинів).



Сучасні портативні (мобільні) прилади для електрохімічного аналізу забезпечують високу точність вимірювання і при цьому мають компактні розміри і комплектуються автономними джерелами живлення, що дає змогу проводити вимірювання відповідних параметрів зразків води безпосередньо у місцях забору проб. Проба води для аналізу електрохімічними методами не потребує особливої попередньої підготовки, проте, якщо зразок містить дисперсні частинки (мул, пісок тощо) його потрібно очистити фільтруванням, використовуючи лійку та фільтрувальний папір (як показано на рисунку).



Для зменшення похибок при вимірюванні і попередження псування електродів під час їхнього зберігання, необхідно ретельно промивати електрод дистильованою водою після кожного вимірювання та після завершення роботи з ними. Електроди

повинні зберігатися у спеціальних розчинах, де вони мають перебувати також в перервах між вимірюваннями. Слід уникати тривалого перебування електродів на повітрі, також не можна тримати їх без зайвої потреби в розчинах-аналітах (зразках, що аналізуються). Для попередження пошкодження електродів та забезпечення коректної роботи приладу слід уникати контакту електродів з поверхнями/середовищами, які можуть їх забруднити (в тому числі не можна торкатися руками робочої поверхні електрода!!!).

### Робота 1.1. Визначення водневого показника води (рН-метрія)

*Посуд і обладнання:*

рН-метр

Стакани хімічні на 50 або 100 мл

*Реактиви:*

Стандартні розчини з відомими значеннями рН

Дистильована вода

*Хід досліду:*

1. Підготувати рН-метр до роботи – ввімкнути, зняти захисний ковпачок з електрода.
2. Занурити електрод рН-метра в стандартний розчин з відомим рН для перевірки точності показань приладу.
3. Після виймання електрода з розчину ретельно промити електрод рН-метра дистильованою водою.
4. Відібрати в стакан 50 мл зразка води для аналізу. Якщо зразок води містить дисперсні частинки (мул, пісок тощо) його потрібно очистити фільтруванням.
5. Занурити електрод рН-метра в досліджуваний зразок та дочекатись стабільного значення показника рН на екрані приладу. Записати отриманий результат в таблицю.
6. Після завершення вимірювання вийняти електрод з досліджуваного розчину й ретельно промити його дистильованою водою.
7. За наявності кількох досліджуваних зразків води повторіть процедуру вимірювань відповідно до пп. 4-6.

#### Результати вимірювань рН зразків природної води

№ п/п	Опис зразка	рН зразка води
1		
2		
3		

8. Порівняти отримані результати, зробити висновки.

*Контрольні запитання:*

1. На вашу думку, чому показник рН є важливим «індикатором» якості води?
2. Чи може змінюватися рН води під впливом природних факторів?
3. Яким чином діяльність людини впливає на рН природних водоем?

### **Робота 1.2. Визначення загального вмісту солей (кондуктометрія)**

*Посуд і обладнання:*

Кондуктометр  
Стакан хімічний 50 або 100 мл – 1 шт.  
Лійка 70-90 мм – 1 шт.  
Колба конічна 100-200 мл – 1 шт.  
Штатив з лапкою або кільцем  
Фільтрувальний папір  
Ножиці

*Реактиви:*

Стандартний розчин з відомим значенням провідності  
Дистильована вода

*Хід досліду:*

1. Підготувати кондуктометр до роботи – ввімкнути, зняти захисний ковпачок з електрода.
2. Занурити електрод кондуктометра (рис.) в стандартний розчин з відомою провідністю для перевірки точності вимірювань приладу.



Для сучасних приладів цю процедуру проводять регулярно через певні проміжки часу для спостереження за працездатністю електрода з метою своєчасного обслуговування.

3. Після виймання електрода з розчину ретельно промити електрод дистильованою водою.
4. Відібрати в стакан 50 мл зразка води для аналізу. Якщо зразок містить дисперсні частинки (мул, пісок тощо) його потрібно очистити фільтруванням.
5. Занурити електрод кондуктометра в досліджуваний зразок та дочекатись стабільного значення показника загального вмісту солей на екрані кондуктометра. Записати отриманий результат в таблицю.
6. Після завершення вимірювання вийняти електрод з досліджуваного розчину й ретельно промити його дистильованою водою.
7. За наявності кількох досліджуваних зразків води повторити процедуру вимірювань відповідно до пп. 4-6.

Результати вимірювань загального вмісту солей у воді

№ п/п	Опис зразка	Вміст солей	
		ppm	г/л
1			
2			
3			

8. Порівняти отримані результати, зробити висновки.

*Контрольні запитання.*

1. Що впливає на загальний вміст солей у воді?
2. Порівняйте отримані результати. Що може бути причиною збігу або розбіжностей отриманих значень для досліджуваних зразків?
3. Чи залежить вміст солей у воді від пори року?

## РОЗДІЛ 2

### МІКРОХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ ПРИРОДНОЇ ВОДИ

*Мікрохімічний аналіз* – сукупність методів хімічного аналізу малих, іноді мікроскопічно малих кількостей речовини. Межа між звичайним (макрохімічним) і мікрохімічним аналізами досить умовна, зазвичай, реакції, які дозволяють виявляти шукану речовину у кількостях менше 0,1 мг відносять до мікрохімічного аналізу. Мікрохімічний аналіз застосовують у випадках, коли для аналізу доступні лише декілька кристаликів речовини або крапель розчину; коли необхідно провести аналіз вибухонебезпечних або високотоксичних речовин, також мікрохімічний аналіз стане в нагоді, якщо дослідження необхідно виконати якомога швидше, адже всі операції, що застосовуються при аналізі мікроскопічних кількостей речовини (фільтрування, випарювання, прожарювання тощо) проходять надзвичайно швидко у порівнянні зі звичайним хімічним аналізом.

Одним з методів мікрохімічного аналізу є *мікрористалоскопічний аналіз* (*мікрористалоскопія*) – метод якісного аналізу, що заснований на реакціях утворення характерних кристалічних осадів, які вивчають за допомогою мікроскопів і за зовнішнім виглядом кристалів роблять висновки щодо наявності шуканих сполук у досліджуваному зразку.

#### Робота 2.1 Мікрористалоскопічні дослідження іонного складу води

<i>Посуд і обладнання:</i>	<i>Реактиви</i>	
Оптичний мікроскоп	Амоній хлорид, $\text{NH}_4\text{Cl}$	Ацетатна кислота, $\text{CH}_3\text{COOH}$
Предметні стекла	Амоній молібдат, $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$	Нітратна кислота, $\text{HNO}_3$
Покривні стекла	Калій гексаціаноферат, $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$	Ортофосфатна кислота, $\text{H}_3\text{PO}_4$
Піпетки Пастера	Кальцій ацетат, $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	Хлоридна кислота, $\text{HCl}$
Скляні палички	Натрій гідрофосфат, $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$	Амоній гідроксид, $\text{NH}_4\text{OH}$
	Натрій нітрат, $\text{NaNO}_3$	Натрій гідроксид, $\text{NaOH}$
	Натрій сульфід, $\text{Na}_2\text{S}$	Дифеніламін
		Желатин
		Вода дистильована

#### *Техніка безпеки:*

**Кислоти** ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ ,  $\text{HNO}_3$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ ) – їдкі речовини. При потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинюють сильні опіки, подразнюють дихальні шляхи. При роботі з кислотами слід уникати розбризкування розчину і потрапляння на одяг, шкіру та в очі.

**Амоніак,  $\text{NH}_3$**  – їдка речовина, подразнює слизові оболонки та дихальні шляхи.

**Натрій гідроксид,  $\text{NaOH}$**  – їдка речовина. При потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинюють сильні опіки. При роботі слід уникати розбризкування розчину і потрапляння на одяг, шкіру та в очі.

**Натрій сульфід,  $\text{Na}_2\text{S}$**  – нестабільна речовина. При зберіганні повільно утворює небезпечний газ – сірководень  $\text{H}_2\text{S}$ .

## Частина 1

### Підготовка проби води для дослідів 1-3:

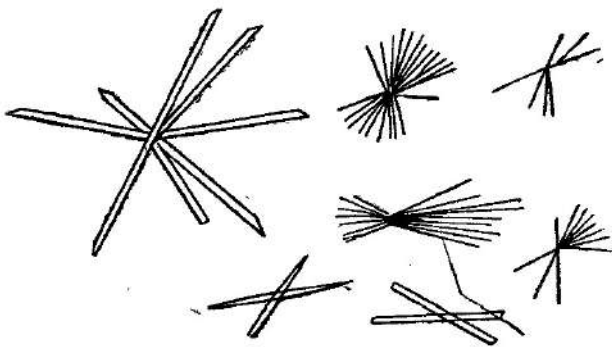
1. Налити 20 мл досліджуваного зразка води в термостійкий хімічний стакан.
2. Поставити стакан з пробєю води на електричну плитку та випарувати її до об'єму близько 2-3 мл.

Отриманий сконцентрований зразок води використовувати для *дослідів 1-3*.

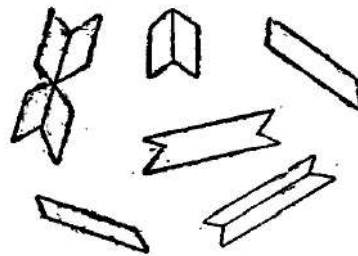
### Дослід 1. Визначення вмісту іонів $\text{Ca}^{2+}$ та $\text{SO}_4^{2-}$

#### Хід дослідю:

1. Помістити 1 краплю ( $\sim 30 \text{ мм}^3$ ) сконцентрованого зразка води на предметне скло та додати 1 краплю 0,1 н розчину  $\text{HNO}_3$ . Частково випарувати отриману пробу до об'єму 5-6  $\text{мм}^3$  (не досуха!!!). При охолодженні випадають голчаті кристали гіпсу  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ .



Кристали  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , утворені з розведених розчинів



Кристали  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , осаджені з концентрованих розчинів

### Дослід 2. Визначення вмісту солей карбонатної кислоти

#### Хід дослідю:

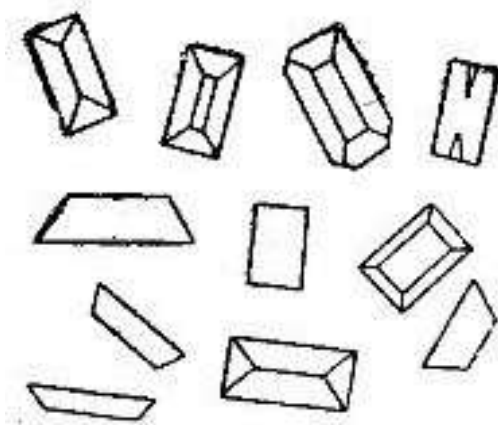
1. Помістити 1 краплю сконцентрованого зразка води на предметне скло та додати 1 краплю 2 % розчину кальцій ацетату,  $\text{Ca}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ . Суміш обережно випарувати досуха.
2. Додати 1 краплю сконцентрованого зразка води та випарувати досуха.

3. Додайте ще 1 краплю зразка води та знову випарувати досуха.
4. Отриманий сухий залишок змочити 1 краплею теплої розчину желатину та почекати його застигання.
5. Після цього поверхню утвореної желатинової плівки змочити 1 краплею 3,5 % розчину HCl. За наявності іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  під мікроскопом можна спостерігати утворення бульбашок  $\text{CO}_2$ .

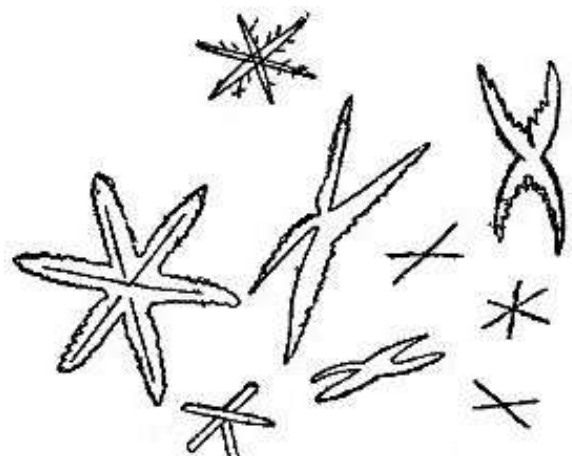
### Дослід 3. Визначення вмісту іонів $\text{Mg}^{2+}$

#### Хід дослідю:

1. Помістити 2-3 краплі (~0,1 мл) сконцентрованого зразка води на предметне скло та випарувати досуха.
2. Сухий залишок обробити 1-2 краплями 6 % розчину ацетатної кислоти,  $\text{CH}_3\text{COOH}$ .
3. Отриманий підкислений розчин випарувати до отримання маленької краплі, розміром близько 1/4 від об'єму звичайної краплі.
4. До підготовленого зразка додати маленьку (1/4 від об'єму звичайної краплі) краплю 1 % розчину  $\text{NH}_4\text{Cl}$ .
5. Далі предметне скло обережно перевернути та поставити на 30 сек на стакан з 3 % розчином амоніаку для насичення проби  $\text{NH}_3$ .
6. Предметне скло з обробленим зразком зняти зі стакану, перевернути, покласти на стіл пробою вгору та внести в пробу маленький кристалик  $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ .
7. За наявності в пробі води іонів  $\text{Mg}^{2+}$  з розчину осаджуються характерні кристали  $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ . В залежності від концентрації  $\text{Mg}^{2+}$  та швидкості утворення осаду кристали мають різну форму.



Кристали  $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , утворені в результаті повільної кристалізації з розведених розчинів



Кристали  $\text{NH}_4\text{MgPO}_4 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ , утворені при швидкій кристалізації з розчинів з вмістом магнію більш 0,5 %.



## Частина 2

### Підготовка проби води для дослідів 4-5:

1. Відібрати 10 мл досліджуваного зразка води в термостійкий хімічний стакан або фарфорову чашку.
2. Додати до зразка води 1-2 краплі 6 % розчину  $\text{HNO}_3$  та випарувати отриману реакційну суміш до об'єму  $\sim 1$  мл.

Отриманий сконцентрований зразок води використовують для *дослідів 4-5*.

### Дослід 4. Визначення вмісту іонів $\text{Fe}^{3+}$

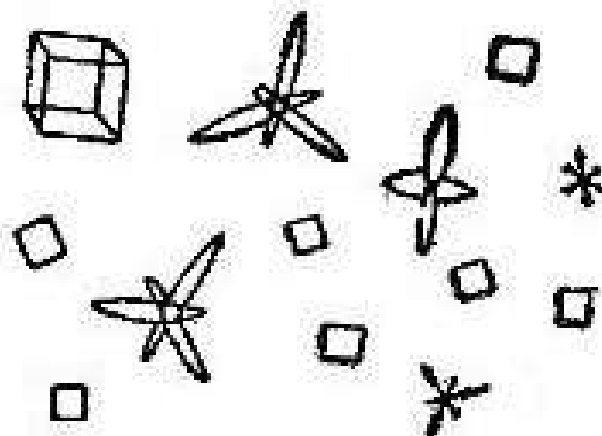
#### Хід дослідів:

1. Помістити 1 краплю сконцентрованого зразка води на предметне скло, додати 1 краплю 0,1 н розчину  $\text{HCl}$  та 1 краплю 1 % розчину  $\text{K}_4[\text{Fe}(\text{CN})_6]$ .
2. За наявності в пробі іонів  $\text{Fe}^{3+}$  зразок забарвлюється в синій колір, при цьому утворюються пластинчасті кристали «берлінської лазури».

### Дослід 5. Визначення вмісту іонів $\text{PO}_4^{3-}$

#### Хід дослідів:

1. Кілька крапель сконцентрованого зразка води послідовно випарувати на предметному склі, наносячи чергову краплю проби на те ж саме місце.
2. До сухого залишку додати кристалик амоній молібдату  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  та змочити суміш 1 краплею концентрованої  $\text{HNO}_3$ .
3. За наявності  $\text{PO}_4^{3-}$  при слабкому нагріванні проби утворюються жовті кристалики амоній фосфорномолібдату.



Кристали  $(\text{NH}_4)_3\text{PO}_4 \cdot 12\text{MoO}_3$

#### Контрольні запитання:

1. Поясніть чому при аналізі води зазвичай визначають вищезазначені катіони та аніони?
2. З яких причин у природній воді можуть з'явитися ці іони?
3. Які способи очищення природної води від різних іонів/речовин ви знаєте? Чи використовуєте ви якісь з них вдома?

## РОЗДІЛ 3

### ОБ'ЄМНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

#### Робота 3.1. Визначення загальної жорсткості води за допомогою комплексонометричного титрування

##### *Посуд і обладнання:*

Бюретка 25 мл – 1 шт.  
Штатив для бюретки – 1 шт.  
Лійка – 2 шт.  
Стакан хімічний 50 або 100 мл – 2 шт.  
Колба конічна 100 мл – 3 шт.  
Піпетка 50 мл – 1 шт.  
Аркуш білого паперу

##### *Реактиви:*

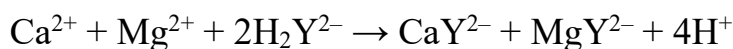
Стандартний 0,1 н розчин трилону Б (динатрій етилендіамінтетраацетат)  
Металохромний індикатор – суха індикаторна суміш, що складається з тонкої дисперсії 0,5 г чистого індикатора еріохрому чорного Т і 50 г NaCl  
Амонійна буферна суміш (рН ~ 9)  
Дистильована вода  
Зразок для аналізу

##### *Техніка безпеки:*

**Амоніак**, що використовується для приготування амонійної буферної суміші, є їдкою та подразнюючою речовиною. При потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно. Ємність з амоніаком та його сумішами не слід залишати відкритою.

##### *Загальні відомості:*

Визначення загальної жорсткості засноване на взаємодії іонів Кальцію та Магнію, що знаходяться в досліджуваному зразку, з трилоном Б при певних значеннях рН (~9) за рівнянням реакції:



Для визначення кінцевої точки титрування використовують металохромний індикатор еріохром чорний Т.

##### *Хід досліду:*

1. В три конічні колби для титрування за допомогою мірної піпетки відібрати аликвоти по 50 мл досліджуваного зразка (проба води), додати по 5 мл амонійної буферної суміші та невелику кількість (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші еріохрому чорного Т. Вміст колб ретельно перемішати до повного розчинення індикатора та одержання фіолетового розчину.
2. В бюретку, закріплену в штативі, налити розчин трилону Б (динатрій етилендіамінтетраацетату) із молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л (0,1

н розчин), встановивши нижній меніск рідини на нульовій поділці.

- З бюретки повільно (по краплях) і при постійному перемішуванні додавати розчин трилону Б до досліджуваного розчину до зміни забарвлення індикатора еріохрому чорного Т з фіолетового на синій (без відтінків фіолетового кольору). Після закінчення титрування записати об'єм трилону Б, який пішов на титрування (з точністю до десятих часток мл).
- Дослід повторити ще двічі, кожного разу попередньо доливаючи стандартний розчин трилону Б в бюретку до нульової поділки.
- Розрахувати середній об'єм розчину трилону Б,  $V_{mБ}$ , який було витрачено на титрування досліджуваного розчину у присутності металохромного індикатора еріохрому чорного Т.
- Розрахувати загальну жорсткість досліджуваного зразка води Ж (ммоль-екв/л):

$$Ж = \frac{0,5C_{mБ} \cdot V_{mБ} \cdot 1000}{V_{H_2O}} = V_{mБ} \text{ (ммоль-екв/л)},$$

де  $C_{mБ}$  – молярна концентрація еквівалента стандартного розчину трилону Б (0,1 моль-екв/л);

$V_{mБ}$  – середній об'єм стандартного розчину трилону Б, витрачений на титрування аліквоти досліджуваного зразка води, мл;

$V_{H_2O}$  – об'єм аліквоти досліджуваного зразка води (50 мл).

- Заповнити таблицю.

№ проби	Об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування зразка води, мл	Середній об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування зразка води $V_{mБ}$ , мл	Загальна жорсткість досліджуваного зразка води Ж, ммоль-екв/л
1			
2			
3			

## Робота 3.2. Комплексонометричне визначення вмісту іонів $\text{Ca}^{2+}$ та $\text{Mg}^{2+}$

### Посуд і обладнання:

Бюретка 25 мл – 1 шт.  
Штатив для бюретки  
Лійка – 2 шт.  
Стакан хімічний 50 або 100 мл – 2 шт.  
Колба конічна 100 мл – 3 шт.  
Піпетка 50 мл – 1 шт.  
Аркуш білого паперу

### Реактиви:

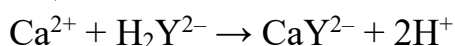
Стандартний 0,1 н розчин трилону Б  
(дінатрій етилендіамінтетраацетату)  
Металохромний індикатор – суха  
індикаторна суміш, що складається  
з тонкої дисперсії 0,5 г чистого  
індикатора мурексиду і 50 г NaCl  
6 М розчин NaOH  
Дистильована вода  
Зразок для аналізу

### Техніка безпеки:

Гідроксид натрію, NaOH, є їдкою речовиною, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно, наважку брати лише за допомогою спеціального шпателя, в жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Гідроксид натрію є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, а ємність з досліджуваною речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

### Загальні відомості:

Величина загальної жорсткості води відображає сумарну концентрацію іонів кальцію та магнію в 1 л досліджуваної води. Для визначення кількості кожного з цих іонів проводять визначення вмісту іонів кальцію титруванням аліквоти зразка тієї ж води трилоном Б в лужному розчині ( $\text{pH} > 11$ ) у присутності іншого металохромного індикатора – мурексиду за реакцією:



В зазначених умовах ( $\text{pH} > 11$ ) іони  $\text{Mg}^{2+}$  утворюють магній гідроксид  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , який випадає в осад і не бере участі у реакції з трилоном Б.

За результатами експерименту розраховують концентрацію іонів  $\text{Ca}^{2+}$  в розчині. Концентрацію іонів  $\text{Mg}^{2+}$  визначають як різницю між сумарною концентрацією іонів  $\text{Ca}^{2+}$  та  $\text{Mg}^{2+}$  та концентрацією іонів  $\text{Ca}^{2+}$  в досліджуваному зразку.

### Хід досліду:

1. В три конічні колби для титрування за допомогою мірної піпетки відібрати аліквоти по 50 мл досліджуваного зразка води, додати по 5 мл 6 М розчину NaOH та невелику кількість (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші мурексиду. Вміст колб ретельно перемішати до повного розчинення індикатора та одержання рожевого розчину.
2. В бюретку, закріплену в штативі, налити розчин трилону Б (динатрій

етилендіамінтетраацетату) із молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л (0,1 н розчин), встановивши нижній меніск рідини на нульовій поділці.

3. З бюретки повільно (по краплях) і при постійному перемішуванні додавати розчин трилону Б до досліджуваного зразка до зміни забарвлення індикатора мурексиду з рожевого до фіолетового. Після закінчення титрування записати об'єм трилону Б, який пішов на титрування (з точністю до десятих часток мл).
4. Дослід повторити ще двічі, кожного разу попередньо доливаючи стандартний розчин трилону Б в бюретку до нульової поділки.
5. Розрахувати середній об'єм розчину трилону Б,  $V_{mB-Ca}$ , який було витрачено на титрування іонів кальцію в досліджуваному зразку у присутності металохромного індикатора мурексиду.
6. Розрахувати концентрацію еквіваленту іонів  $Ca^{2+}$  в досліджуваному зразку води  $C_{Ca^{2+}}$  (ммоль-екв/л):

$$C_{Ca^{2+}} = \frac{0,5C_{mB} \cdot V_{mB-Ca} \cdot 1000}{V_{H_2O}} = 10 \cdot V_{mB-Ca} \text{ (ммоль-екв/л)},$$

де  $C_{mB}$  – молярна концентрація еквівалента стандартного розчину трилону Б (0,1 моль-екв/л);

$V_{mB-Ca}$  – середній об'єм стандартного розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів  $Ca^{2+}$  в аліквоті досліджуваного зразка води, мл;

$V_{H_2O}$  – об'єм аліквоти досліджуваного зразка води (50 мл).

7. Беручи до уваги молярну масу еквівалентів Кальцію та Магнію, розрахуйте вміст окремих іонів в досліджуваному зразку води.
8. Заповнити таблицю.

№ проби	Об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів $Ca^{2+}$ в зразку води, мл	Середній об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів $Ca^{2+}$ в зразку води $V_{mB}$ , мл	Концентрація іонів $Ca^{2+}$ в досліджуваному зразку води $C_{Ca^{2+}}$ , ммоль-екв/л	$m_{Ca^{2+}}$ , мг/л	Концентрація іонів $Mg^{2+}$ в досліджуваному зразку води $C_{Mg^{2+}}$ , ммоль-екв/л	$m_{Mg^{2+}}$ , мг/л
1						
2						
3						

### Робота 3.3. Визначення вмісту кисню, розчиненого у воді

Визначення вмісту розчиненого  $O_2$  в поверхневих водах є обов'язковим завданням для екологів, що спостерігають та оцінюють умови життя водних організмів, характеристики якості поверхневих вод (див. Табл.) для регулювання процесу очищення стічних вод.

Характеристика забрудненості поверхневих вод

Рівень забрудненості води, клас якості води	вміст розчиненого $O_2$ , мг/л		% насичення
	літо	зима	
дуже чисті, I	9	14-13	95
чисті, II	8	12-11	80
помірно забруднені, III	7-6	10-9	70
забруднені, IV	5-4	8-6	60
брудні, V	3-1	5-1	30
дуже брудні, VI	0	0	0

*Посуд і обладнання:*

Мірний циліндр на 200 мл – 1 шт.

Киснева склянка або посуд з притертим корком на 100-150 мл

Колба конічна 100 мл – 4 шт.

Колба конічна 250 мл – 1 шт.

Бюретка – 1 шт.

Лійка для бюретки – 1 шт.

Стакан хімічний 100 мл – 1 шт.

Піпетки 5 мл – 3 шт.

Піпетка 50 мл – 1 шт.

Кристалізатор – 1 шт.

Ваги аналітичні

Аркуш білого паперу

*Реактиви:*

Манган хлорид,  $MnCl_2$

Калій йодид, KI

Калій гідроксид, KOH

Натрію тіосульфат,  $Na_2S_2O_3$ , стандартний 0,01 н. розчин

Сульфатна кислота,  $H_2SO_4$ , водний розчин (1:3)

Водний розчин крохмалю (1 мас.%)

Дистильована вода

*Техніка безпеки:*

**Сульфатна кислота,  $H_2SO_4$** , надзвичайно їдка речовина. Сильний окисник, обуглює органічні матеріали. Розчини сульфатної кислоти при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинюють подразнення та опіки. При роботі з кислотою слід уникати розбризкування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі. Працювати з нею потрібно у спецодязі і рукавичках.

**Калій гідроксид, KOH** – є їдкою речовиною, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно, наважку брати лише за допомогою спеціального шпателя, в жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Гідроксид калію є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, а ємність з досліджуваною речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

## *Хід досліду:*

### *А) Приготування розчинів*

*Приготування розчину  $MnCl_2$ :* 25 г  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$  розчинити в 30 мл  $H_2O$ .

*Приготування розчину суміші  $KI$  та  $NaOH$ :* наважки 10 г  $KI$  та 32 г  $NaOH$  розчинити в 100 мл  $H_2O$ .

### *Б) Відбирання проби*

1. Відкалібрувати кисневу склянку або інший посуд з притертим корком об'ємом 100-150 мл. Для цього за допомогою мірного циліндру точно визначте повний об'єм посуду (до верхньої частини горловини). Запишіть дані в таблицю.
2. Обережно заповнити відкалібровану склянку або посуд, що її замінює, досліджуваною водою, не допускаючи її надмірного збовтування та утворення пухирців повітря на стінках посуду. Заповнення проводять до верхнього краю горловини посуду.
3. Поставити посуд з пробєю води в кристалізатор або на піддон. **Всі подальші маніпуляції проводити не виймаючи ємність з водою з кристалізатора (піддону)!!!**. Виміряти та записати температуру відібраної води.

### *В) Хімічна фіксація кисню*

1. У відібрану пробу води послідовно внести окремими піпетками, торкаючись дна ємності з досліджуваною водою, по 1 мл насиченого розчину  $MnCl_2$  та 1 мл розчину суміші  $KI$  та  $NaOH$ . Розчини з більшою ніж у води густиною витіснять рівний об'єм води зі склянки.
2. Обережно закрити посуд корком, не допускаючи появи пухирців повітря та витримати у затемненому місці для повного осадження  $MnO_2 \cdot 2H_2O$ .

### *Г) Визначення вмісту кисню*

1. Обережно відкоркувати посуд з пробєю води.
2. Не торкаючись осаду на дні посуду, внести піпеткою 4 мл розчину (1:3) сульфатної кислоти (частина проби при цьому виллється) та обережно закрити посуд, запобігаючи появленню в пробі пухирців повітря.
3. Вміст посуду з пробєю перемішувати до повного розчинення осаду. Колір розчину при цьому повинен змінитися. Поясніть чому?
4. Заповнити бюретку 0,01 н розчином  $Na_2S_2O_3$ , встановити нульовий рівень за нижнім меніском.
5. З підготовленої проби за допомогою піпетки відповідного об'єму відібрати 50 мл води, перенести її в колбу для титрування і титрувати пробу води до зміни її кольору на світло-жовтий. Після чого додати в пробу 2-3 краплі розчину крохмалю і продовжити титрування до повного знебарвлення проби від 1 краплі титранту. Запишіть об'єм витраченого титранту в таблицю.
6. Для отримання більш точних результатів титрування



Киснева склянка

повторюють ще двічі, щоразу встановлюючи рівень титранту в бюретці на нульовий рівень.

7. Розрахувати вміст розчиненого кисню у пробі води за формулою:

$$C_{O_2} = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \cdot N_{Na_2S_2O_3} \cdot E_{O_2} \cdot 1000}{V_{H_2O-titr}} = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \cdot 0,01 \cdot 8 \cdot 1000}{50} = V_{Na_2S_2O_3} \cdot 1,6$$

де  $C_{O_2}$  – вміст розчиненого  $O_2$  у пробі води (мг/л);

$V_{Na_2S_2O_3}$  – об'єм 0,01 н розчину  $Na_2S_2O_3$ , витраченого на титрування (мл);

$N_{Na_2S_2O_3}$  – нормальна концентрація розчину  $Na_2S_2O_3$  (0,01 н);

$E_{O_2}$  – молярна маса еквівалента Оксигену (8 г/моль);

1000 – коефіцієнт перерахунку маси в мг;

$V_{H_2O-titr}$  – об'єм аліквоти (проби води, відібраної для титрування) (50 мл).

8. Використовуючи отримані дані розрахуйте ступень насичення (%) води киснем.

Зразок води (опис)	Об'єм посуду, мл	Температура, °C	Об'єм аліквоти води, мл	Об'єм 0,01 н $Na_2S_2O_3$ , витрачений на титрування аліквоти, мл	Вміст кисню у воді, мг/л	Ступень насичення води киснем, %
					(сер)	
					(сер)	

*Контрольні запитання:*

1. Які хімічні сполуки, окрім, звичайно, води, можуть знаходитися в складі природних вод?
2. Чому дуже важливо контролювати вміст розчиненого кисню у водоймах?
3. Перерахуйте та опишіть особливості методів видалення кисню з води?
4. Які сполуки здатні кількісно зв'язувати кисень, розчинений у воді?
5. Використовуючи власні знання запропонуйте інші можливі методи визначення вмісту кисню у воді.



### Робота 3.4. Визначення вмісту органічних речовин у воді. Окиснюваність природної води

Найбільш поширеним методом оцінки вмісту органічних сполук у воді є визначення окиснюваності, в якому показником вмісту органічних речовин в воді є кількість Оксигену, що витрачається на їх окиснення. Розрізняють перманганатну окиснюваність (ПО; окисник –  $\text{KMnO}_4$ ) та біхроматну окиснюваність (БО; окисник –  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ ). Показник окиснюваності визначається масою (в мг) атомарного Оксигену [O] на 1 л досліджуваної води.

Багаторічний досвід використання обох методів продемонстрував, що при визначенні біхроматної окиснюваності відбувається практично повне окиснення (мініралізація) органічних сполук, за винятком деяких білкових сполук, до  $\text{CO}_2$ ,  $\text{H}_2\text{O}$  та  $\text{N}_2$ . Інша назва біхроматної окиснюваності – хімічне споживання кисню, ХСК.

Калій перманганат  $\text{KMnO}_4$ , що використовують при визначенні перманганатної окиснюваності, є дуже сильним окисником і також дозволяє отримати достовірні результати про вміст біохімічно стійких органічних сполук, але для даного методу, є низка умов та обмежень:

- за наявності високої концентрації  $\text{Cl}^-$  іонів ( $> 300$  мг/л) попередньо проводять визначення їх вмісту або видаляють з проби.

За великої кількості хлорид-іонів окиснення органічних сполук розчином  $\text{KMnO}_4$  проводять в лужних умовах шляхом додавання 0,5 мл 10 %-го розчину  $\text{NaOH}$ . Після проведення стадії окиснення перед додаванням розрахованої кількості розчину оксалатної кислоти досліджуваний розчин підкислюють 2,5 мл розчину (1:3) сульфатної кислоти і здійснюють всі подальші операції відповідно до стандартної методики (див. нижче).

- у більшості випадків перед визначенням ПО попередньо проводять аналіз біохімічного споживання кисню (БСК). Кількісне оцінювання сполук, що піддаються біохімічному окисненню, є дуже важливим при визначенні кисневого режиму водойм. Ці сполуки переважно окиснюються аеробними бактеріями до  $\text{CO}_2$  та  $\text{H}_2\text{O}$ , але при цьому витрачається розчинений в воді кисень. Наявність у воді великої кількості біохімічно нестійких сполук спричиняє значний дефіцит кисню у воді, наслідком якого є загибель риби, інших аеробних водних організмів, починається розмноження анаеробних організмів та загнивання водойм.

Показник БСК вимірюється за зміною вмісту кисню в пробі, що знаходиться в темряві за температури  $20^\circ\text{C}$  протягом певного проміжку часу (як правило, протягом 5 діб – БСК5) і визначається, на відміну від окиснюваності, в мг молекулярного Оксигену ( $\text{O}_2$ ) на 1 л розчину.

Відповідно до санітарних вимог і норм з охорони поверхневих вод, показник ПО для водойм питної категорії не повинен перевищувати 3,0 мг/л, а для водойм побутової категорії – не більше 6,0 мг/л.

*Посуд і обладнання:*

Мірна колба на 1 л – 2 шт.  
Мірний циліндр на 100 мл – 1 шт.  
Колба конічна 100 мл – 4 шт.  
Бюретка – 1 шт.  
Лійка для бюретки – 1 шт.  
Стакан хімічний 100 мл – 1 шт.  
Піпетки 5 мл – 3 шт.  
Піпетки 10 мл – 2 шт.  
Піпетка 50 мл – 1 шт.  
Скляні палички  
Ваги аналітичні  
Електрична плитка  
Аркуш білого паперу

*Реактиви:*

Калій перманганат,  $\text{KMnO}_4$   
Оксалатна кислота,  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$   
Сульфатна кислота,  $\text{H}_2\text{SO}_4$   
Дистильована вода

***Техніка безпеки:***

**Сульфатна кислота,  $\text{H}_2\text{SO}_4$** , надзвичайно їдка речовина. Сильний окисник, обуглює органічні матеріали. Розчини сульфатної кислоти при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинюють подразнення та опіки. При роботі з кислотою слід уникати розбризкування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі. Працювати з нею потрібно у спецодязі і рукавичках.

**Натрій гідроксид,  $\text{NaOH}$**  – є їдкою речовиною, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно, наважку брати лише за допомогою спеціального шпателя, в жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Гідроксид натрію є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, а ємність з досліджуваною речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

**Нагрівання розчинів** слід проводити обережно, дотримуючись загальних правил техніки безпеки в лабораторії. уникаючи бурхливого кипіння і розбризкування речовин.

***Хід досліду:***

***А) Приготування розчинів***

***0,01 н розчин  $\text{KMnO}_4$***

Наважку 0,32 г  $\text{KMnO}_4$  внести в мірну колбу ємністю 1 л, розчинити в невеликій кількості дистильованої води та довести об'єм дистильованою водою до мітки.

***розчин  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:3 об.)***

В колбу або хімічний стакан ємністю 100 мл внести 60 мл дистильованої води і обережно по стінках ємності повільно додати 20 мл концентрованої  $\text{H}_2\text{SO}_4$ . Суміш обережно перемішати скляною паличкою.

0,01 н розчин  $H_2C_2O_4$

Наважку 0,63 г дигідрату оксалатної кислоти  $H_2C_2O_4 \cdot 2H_2O$  внести в мірну колбу ємністю 1 л, розчинити в невеликій кількості дистильованої води, додати 1 мл розчину (1:3)  $H_2SO_4$  та довести об'єм дистильованою водою до мітки.

*Б) Окиснення органічних сполук у воді*

1. Відміряти за допомогою піпетки пробу води об'ємом 50 мл та перенести її в термостійку колбу на 100 мл. В колбу додати 2,5 мл розчину  $H_2SO_4$ .
2. Заповнити бюретку 0,01 н розчину  $KMnO_4$ , встановити рівень розчину титранту на нульовій позначці і відміряти з бюретки в колбу з підкисленою пробєю води 10 мл 0,01 н. розчину Калій перманганату. **ПІСЛЯ ДОДАВАННЯ РОЗЧИНУ ТИТРАНТУ РІВЕНЬ ЙОГО В БЮРЕТЦІ НЕ ОБНУЛЯТИ!!!**
3. Колбу поставити на електричну плітку, розчин повільно нагріти до кипіння і кип'ятити протягом 10 хв, відраховуючи час з моменту появи в колбі перших бульбашок пари. **Будьте обережні! При кип'ятінні суміш води та сульфатної кислоти може розбризкуватись! Для попередження цього в горловину колби можна вставити скляну лійку.**
4. **ПРОТЯГОМ ВСЬОГО ЧАСУ КИП'ЯТІННЯ НЕОБХІДНО УВАЖНО СПОСТЕРІГАТИ ЗА ЗМІНАМИ, ЩО ВІДБУВАЮТЬСЯ В РОЗЧИНІ.**

а) *Розчин знебарвлюється.* Це є свідченням великого вмісту сполук, що здатні відновлюватися. В цьому випадку операції за пп.1-3 розділу «Б) Окиснення органічних сполук у воді» повторюють, зменшуючи об'єм проби води.

б) *Розчин має коричнево-буре забарвлення.* Це є свідченням недостатньої кількості розчину  $H_2SO_4$ . В цьому випадку до киплячого розчину слід обережно додати ще 1-2 мл розчину  $H_2SO_4$  та продовжити експеримент.

в) *Розчин має червоно-фіолетове забарвлення, що залишається протягом 10 хв кип'ятіння.* Це є свідченням того, що процес визначення відбувається належним чином.

4. Після закінчення кип'ятіння колбу слід зняти з нагрівального пристрою і, не охолоджуючи, перейти до титрування.
5. Кількість  $KMnO_4$ , що було витрачене на окиснення органічних сполук у пробі води, визначається методом зворотного титрування. Для цього в одержаний після кип'ятіння забарвлений розчин додати піпеткою 10 мл 0,01 н розчину оксалатної кислоти  $H_2C_2O_4$  (об'єм розчину  $H_2C_2O_4$  повинен бути таким самим як об'єм доданого раніше розчину  $KMnO_4$ ).

*Вміст колби швидко знебарвлюється за рахунок окиснення  $H_2C_2O_4$  залишковим  $KMnO_4$ , що непрореагував (саме він надає розчину в колбі червоно-фіолетового забарвлення). Вихідні кількості речовини в доданих розчинах  $KMnO_4$  і  $H_2C_2O_4$  є однаковими, однак через витрачання частини Калій перманганату на реакцію окиснення органічних речовин, що містилися в пробі води, окиснення 10 мл 0,01 н розчину  $H_2C_2O_4$  буде неповним, що забезпечить її надлишковий вміст в розчині.*

6. Відтитрувати надлишок оксалатної кислоти 0,01 н розчином  $\text{KMnO}_4$  з тієї ж бюретки, з якої додавали 10 мл титрованого розчину до проби води, **НЕ ВСТАНОВЛЮЮЧИ РІВЕНЬ РОЗЧИНУ ТИТРАНТУ НА НУЛЬОВУ ПОЗНАЧКУ!!!** Кінець титрування встановлюють за появою стійкого рожевого забарвлення від додавання однієї краплі розчину  $\text{KMnO}_4$ .
7. Записати сумарний об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , витрачений як на окиснення органічних речовин в пробі води, так і на окиснення надлишку  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , позначений літерою *A* в таблицю.

*B) Визначення еквівалентної концентрації розчину  $\text{KMnO}_4$*

1. Для встановлення поправочного коефіцієнта  $\text{KMnO}_4$  в колбу, в якій проводили аналіз, не виливаючи з неї проаналізованої проби, додати піпеткою 10 мл 0,01 н розчину  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , нагріти розчин до 50-60 °C і знову титрувати 0,01 н розчином  $\text{KMnO}_4$  до появи стійкого рожевого забарвлення від додавання 1 краплі розчину титранту, **попередньо встановивши рівень титранту в бюретці на нульовій позначці**. Записати об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , витраченого на титрування 10 мл розчину оксалатної кислоти (позначено літерою *B*) в таблицю.
2. Поправочний коефіцієнт *K* розраховують за формулою:

$$K = \frac{V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}}{V_{\text{KMnO}_4}}$$

де  $V_{\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4}$  – об'єм 0,01 н розчину  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , взятий для титрування (10 мл);

$V_{\text{KMnO}_4}$  – об'єм 0,01 н розчину  $\text{KMnO}_4$ , витраченого на її титрування (мл).

*Г) Визначення показника перманганатної окиснюваності (ПО)*

Розрахувати значення показника ПО (мг/л) за формулою, використовуючи попередньо отримані дані, внесені в таблицю:

$$ПО = \frac{E_{[\text{O}]} \cdot N_{\text{KMnO}_4} \cdot K \cdot (A - B)}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 1000$$

де  $E_{[\text{O}]}$  – молярна маса еквіваленту атомарного Оксигену (8 г/моль);

$N_{\text{KMnO}_4}$  – нормальна концентрація розчину  $\text{KMnO}_4$  (0,01 н);

*K* – поправочний коефіцієнт;

*A* – загальний об'єм 0,01 н розчину  $\text{KMnO}_4$ , витраченого на окиснення органічних сполук в пробі води та 10 мл 0,01 н розчину  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$ , мл;

*B* – об'єм розчину  $\text{KMnO}_4$ , витраченого на окиснення 10 мл 0,01 н розчину  $\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$  (див. розділ *B*) *Визначення еквівалентної концентрації розчину  $\text{KMnO}_4$* );

$V_{\text{H}_2\text{O}}$  – об'єм проби  $\text{H}_2\text{O}$ , взятої для визначення вмісту органічних сполук, мл.

Зразок (короткий опис)	Об'єм проби води V <sub>H<sub>2</sub>O</sub> , мл	Об'єм А 0,01 н KMnO <sub>4</sub> , мл	Об'єм Б 0,01 н KMnO <sub>4</sub> , мл	Поправ. коэф. К	Показник ПО, мг/л	Висновок (< 3 мг/л або < 6 мг/л)*

\* точність метода, якщо ПО не перевищує 4 мг/л, складає 0,4 мг/л;

вода з показником ПО до 3 мг/л відноситься до питної категорії (підходить для вживання після певної обробки); вода з показником до 6 мг/л відноситься до побутової категорії (технічна вода).

## РОЗДІЛ 4

### КОЛОРИМЕТРИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

#### Робота 4.1. Фотометричне визначення загального вмісту Феруму

##### Посуд і обладнання:

Мірна колба 200 мл – 1 шт.  
Мірна колба 100 мл – 12 шт.  
Мірний циліндр 25 мл – 1 шт.  
Мірний циліндр 200 мл – 1 шт.  
Стакан хімічний 50 мл сухий – 4 шт.  
Колба конічна або стакан 200 (500 мл) – 2 шт.  
Піпетка 10 мл – 4 шт.  
Піпетка Пастера – 4 шт.  
Спектрофотометр/фотоколориметр  
Набір кювет скляних 10 мм

##### Реактиви:

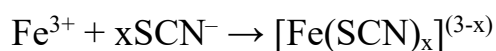
Ферум(III)-амоній сульфат,  
 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$ , стандартний розчин з  
вмістом Феруму (III) 0,05 мг/мл  
Калій роданід,  $\text{KSCN}$ , або амоній  
роданід,  $\text{NH}_4\text{SCN}$ , 1,5 М розчин  
Хлоридна кислота,  $\text{HCl}$ , 17 % розчин  
Амоній персульфат,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , 10%  
розчин  
Дистильована вода  
Проби води для дослідження

##### Техніка безпеки:

**Хлоридна кислота,  $\text{HCl}$** , при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинює подразнення та опіки. При роботі з кислотою слід уникати розбрикування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі.

**Амоній персульфат,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$**  – сильний окисник. Потрапляння твердої речовини на органічні матеріали може викликати пожежу. Розчини можуть пошкоджувати одяг та інші матеріали, тому працювати потрібно обережно та у спецодязі.

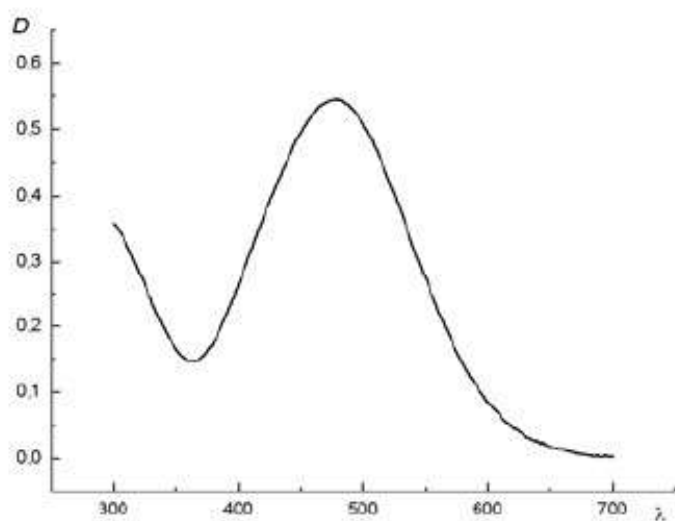
Метод визначення вмісту Феруму (III) в досліджуваному розчині оснований на взаємодії іонів  $\text{Fe}^{3+}$  та  $\text{SCN}^-$  з утворенням суміші інтенсивно забарвлених комплексів змінного складу відповідно за схемою:



Спектр поглинання комплексів Феруму (III) з роданід-іонами при  $C_{\text{Fe}} = 5 \cdot 10^{-3}$  мг/мл при товщині оптичного шару 10 мм наведено на рисунку:

Даний метод аналізу вимагає чітко дотримуватись таких умов виконання експерименту:

- при підготовці розчинів  $\text{Fe}^{3+}$  до вимірювань всі реагенти необхідно додавати у зазначеній в методиці послідовності,



- можливість взаємодії між окисником  $\text{Fe}^{3+}$  та відновником  $\text{SCN}^-$ , призводить до зменшення стабільності складу досліджуваного розчину (комплексів  $[\text{Fe}(\text{SCN})_x]^{(3-x)}$ ), тому тривалість вимірювання оптичних властивостей зразка повинна бути обмеженою.

## Частина 1. Побудова калібрувального графіка

### Хід досліду:

#### 1. Приготування розчинів реагентів.

- 1.1. Для приготування 200 мл стандартного розчину Феруму (III) з концентрацією  $\text{Fe}^{3+}$  0,05 мг/мл необхідно наважку 0,8634 г  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  розчинити у дистильованій воді за допомогою мірної колби номінального об'єму 100 мл. Довести рівень розчину до мітки. Після цього відібрати 10 мл одержаного розчину та перенести його в мірну колбу номінального об'єму 200 мл. Довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Якщо маса наважки  $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  відрізняється від зазначеної вище, необхідно розрахувати концентрацію Феруму (III) в одержаному стандартному розчині ( $M_{\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}} = 482,19$  г/моль,  $M_{\text{Fe}} = 55,85$  г/моль).
- 1.2. Для приготування 1,5 М розчину необхідно наважку 29,15 г KSCN (або 22,84 г  $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) розчинити у 200 мл дистильованої води.
- 1.3. Для приготування 10% розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$  необхідно до наважки 10 г амоній персульфату, взятої в хімічному стакані об'ємом не менше 100 мл, додати 90 г дистильованої води. Вміст стакану перемішати до повного розчинення солі та одержання відповідного розчину.

### Проведення вимірювань.

2. В мірні колби ємністю 100 мл (5 шт.) відібрати 1, 2, 3, 6, 10 мл попередньо приготованого стандартного розчину Феруму (III) з точно визначеною концентрацією  $\text{Fe}^{3+}$ .
3. В кожну колбу додати по 10 мл 17% розчину HCl, по 10 мл дистильованої води та по 5 мл 10% розчину амоній персульфату.
4. За допомогою спектрофотометру (фотоколориметру) виміряти оптичну густину  $D_0$  зразка з концентрацією  $\text{Fe}^{3+}$  0,000 г/мл, використовуючи кювету 10 мм з дистильованою водою, на довжині хвилі, що відповідає максимуму поглинання комплексів  $[\text{Fe}(\text{SCN})_x]^{(3-x)}$  (див. спектр поглинання комплексів).
5. Безпосередньо перед проведенням фотометричних вимірювань в мірну колбу, що містить певний об'єм розчину  $\text{Fe}^{3+}$ , 10 мл розчину HCl, 10 мл  $\text{H}_2\text{O}$  і 5 мл розчину  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , додати 10 мл розчину KSCN ( $\text{NH}_4\text{SCN}$ ) і довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою.

6. З мірної колби, що містить зразок підготовлений до аналізу, за допомогою піпетки Пастера відібрати необхідну кількість досліджуваного розчину та виміряти його оптичну густина  $D$  на попередньо визначеної довжині хвилі.
7. Повторити процедури за пп. 4 і 5 для всіх розчинів з різної концентрацією  $Fe^{3+}$ .
8. Заповнити таблицю.
9. За результатами вимірювань побудувати калібрувальний графік в координатах *оптична густина  $D$  – вміст Феруму (III)*.

№ зразка	Об'єм стандартного розчину $Fe^{3+}$ , мл	Вміст $Fe^{3+}$ в досліджуваному зразку, мг	Оптична густина $D$
Дистильована вода			
1	1		
2	2		
3	3		
4	6		
5	10		

## Частина 2. Визначення вмісту Феруму у пробах води

### Хід досліджу:

- 2.1. В мірні колби ємністю 100 мл відібрати по 50 мл досліджуваних проб води за допомогою піпетки відповідного об'єму.
- 2.2. В кожну колбу додати по 10 мл 17% розчину  $HCl$  та по 5 мл 10% розчину амоній персульфату.
- 2.3. Налаштувати спектрофотометр на довжину хвилі, за якою будувався калібрувальний графік (*див Частина 1 цієї роботи*)
- 2.4. Безпосередньо перед проведенням фотометричних вимірювань до підготовлених за пп.1-2 досліджуваних проб води додати 10 мл розчину  $KSCN$  ( $NH_4SCN$ ) і довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою.
- 2.5. З мірної колби, що містить зразок підготовлений до аналізу, за допомогою піпетки Пастера відібрати необхідну кількість досліджуваного розчину та виміряти його оптичну густина  $D$  на попередньо визначеної довжині хвилі.
- 2.6. Повторити процедури за пп. 3 і 4 для всіх досліджуваних зразків води.
- 2.7. Заповнити таблицю.
- 2.8. За калібрувальним графіком, побудованим в першій частині роботи, визначити загальний вміст  $Fe^{3+}$  (мг) в аналіті.



2.9. Розрахувати масову концентрацію Феруму (мг/л) в досліджуваному зразку води за формулою:

$$X = c \cdot 10 \cdot 2$$

де  $c$  – концентрація Феруму, визначена за калібрувальним графіком, мг/100 мл;

10 – коефіцієнт перерахунку концентрації мг/мл в концентрацію мг/л;

2 – коефіцієнт перерахунку між об'ємом проби для калібрувального графіка (100 мл) і об'ємом досліджуваного зразка води (50 мл).

<b>Проба</b> <i>(короткий опис)</i>	<b>Оптична</b> <b>густина D</b>	<b>Вміст Fe<sup>3+</sup> в досліджуваному</b> <b>зразку, мг/100 мл</b> <i>(за калібрувальним графіком)</i>	<b>Масова концентрація</b> <b>Феруму в досліджуваному</b> <b>зразку води (мг/л)</b>

## Робота 4.2. Фотометричне визначення вмісту Фосфору

Дана методика призначена для визначення вмісту Фосфору, який знаходиться у воді у вигляді розчинних солей ортофосфатної кислоти.

Метод визначення вмісту фосфатів в досліджуваному розчині оснований на взаємодії утворенні фосфорованадомолібдатного комплексу. Важливе значення для визначення має рН розчину, тому реакцію утворення комплексу проводять у 0,5-0,9 н. розчині сильних кислот (нітратної, хлоридної або сульфатної). За таких значень рН забарвлення проявляється досить швидко, є стабільним і може зберігатися протягом тижнів. Забарвлення комплексу є досить слабким для визначення «на око», вимірювання оптичної густини розчинів проводять в діапазоні 300-460 нм.

Для визначення вмісту фосфору в досліджуваних зразках використовують калібрувальний графік залежності оптичної густини розчинів  $\text{PO}_4^{3-}$  від їхньої концентрації за Фосфором.

### *Посуд і обладнання:*

Мірні колби 100 мл – 5 шт. для приготування калібрувальних розчинів та необхідна кількість за кількістю проб води  
Піпетки 50 мл – за кількістю проб води  
Піпетка 10 мл – 3 шт.  
Піпетка 1 або 2 мл – 1 шт.  
Піпетки Пастера – за кількістю проб води  
Спектрофотометр/фотоколориметр  
Набір кювет скляних 10 мм

### *Реактиви:*

Амонію молібдат,  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$ ,  
5% р-н  
Амонію ванадат,  $\text{NH}_4\text{VO}_3$ ,  
0,02 М р-н  
Нітратна кислота,  $\text{HNO}_3$ , 6 н. р-н  
Натрій ортофосфат,  $\text{Na}_3\text{PO}_4$   
Дистильована вода  
Проби води (досліджувані зразки)

## Частина 1. Побудова калібрувального графіка

### *Хід досліду:*

#### *1. Приготування розчинів реагентів.*

- 1.1. Для приготування калібрувального розчину натрій ортофосфату з концентрацією Фосфору 200 мг/л необхідно наважку  $\text{Na}_3\text{PO}_4$  0,5290 г розчинити у 500 мл дистильованої води за допомогою мірної колби відповідного номінального об'єму.
- 1.2. Для приготування 5% розчину амоній молібдату наважку 5 г  $(\text{NH}_4)_2\text{MoO}_4$  помістити в хімічну колбу або стакан об'ємом не менше 200 мл, налити 100 мл дистильованої води і повільно нагріти при постійному перемішуванні до повного розчинення солі.

1.3. Для приготування розчину амоній ванадату наважку 0,25 г  $\text{NH}_4\text{VO}_3$  розчинити у 50 мл дистильованої води при нагріванні і постійному перемішуванні. Отриманий розчин охолодити, перелити в мірну колбу на 100 мл, додати в нього 2 мл концентрованої нітратної кислоти і довести об'єм розчину до 100 мл дистильованою водою.

*Проведення вимірювань.*

2. Приготувати калібрувальні розчини з концентрацією Р 0, 1, 5, 10 і 20 мг/л. Для цього в одну мірну колбу ємністю 100 мл налити 20-30 мл дистильованої води, в чотири мірні колби ємністю 100 мл відміряти за допомогою піпеток 0,5; 2,2; 5 і 10 мл приготованого стандартного розчину  $\text{Na}_3\text{PO}_4$ .
3. В кожну колбу додати 10 мл 6 н. розчину  $\text{HNO}_3$ , 10 мл розчину амоній ванадату, 10 мл розчину амоній молібдату і довести об'єм розчину до 100 мл дистильованою водою.
4. Витримати отримані розчини протягом 30 хв і виміряти їхню оптичну густину, занести отриманні значення в таблицю.
5. За результатами вимірювань побудувати калібрувальний графік в координатах *оптична густина D – вміст Фосфору*.

№ зразка	Об'єм стандартного розчину Р, мл	Вміст Р в 100 калібрувального розчину, мг	Оптична густина D
1	0	0	
2	0,5	0,1	
3	2,5	0,5	
4	5	1	
5	10	2	

## **Частина 2. Визначення вмісту Фосфору (фосфатів) у пробах води**

*Хід дослідю:*

- 2.1. В мірні колби ємністю 100 мл відібрати по 50 мл досліджуваних проб води за допомогою піпетки відповідного об'єму.
- 2.2. В кожну колбу додати 10 мл 6 н. розчину  $\text{HNO}_3$ , 10 мл розчину амоній ванадату, 10 мл розчину амоній молібдату і довести об'єм розчину до 100 мл дистильованою водою.

- 2.3. Витримати отримані розчини протягом 30 хв і виміряти їхню оптичну густина за того ж значення довжини хвилі, за якого було побудовано калібрувальний графік. Занести отримані значення  $D$  в таблицю.
- 2.4. За калібрувальним графіком, побудованим за розчинами з відомими концентраціями Фосфору, визначити концентрацію Фосфору (мг) в аналіті.
- 2.5. Розрахувати масову концентрацію Фосфору (мг/л) в досліджуваному зразку води за формулою:

$$X = m \cdot 20$$

де  $m$  – вміст Фосфору в пробі досліджуваної води взятої для аналізу (50 мл), мг;  
 20 – коефіцієнт перерахунку *вмісту* Фосфору в пробі води на його *концентрацію*, мг/л.

<b>Проба</b> <i>(короткий опис)</i>	<b>Оптична густина <math>D</math></b>	<b>Вміст P в пробі досліджуваної води взятої для аналізу (50 мл), мг</b> <i>(за калібрувальним графіком)</i>	<b>Масова концентрація Фосфору в досліджуваній воді (мг/л)</b>

### Робота 4.3. Якісне визначення нітрат-іонів в природних об'єктах

#### Посуд і обладнання:

Предметне скло – 3 шт.

Білий папір

Піпетка Пастера – 3 шт.

#### Реактиви:

Дифеніламін

$\text{H}_2\text{SO}_4$  або  $\text{H}_3\text{PO}_4$  (конц.)

Натрій нітрат,  $\text{NaNO}_3$

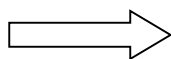
Дистильована вода

#### Техніка безпеки:

**Кислота сульфатна,  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , або кислота ортофосфатна  $\text{H}_3\text{PO}_4$ , дуже їдкі речовини.** При потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричинюють сильні опіки. При роботі з кислотами слід уникати розбризкування розчину і потраплення кислоти на одяг, шкіру та в очі.

#### Хід досліду:

1. Підготувати розчин дифеніламіну в концентрованій ортофосфатній кислоті,  $\text{H}_3\text{PO}_4$ . Для цього кілька кристалів дифеніламіну обережно розчинити в 0,5-1 мл концентрованої сульфатної (або ортофосфатної) кислоти.
2. Приготувати водний розчин натрій нітрату,  $\text{NaNO}_3$  з концентрацією 1 г/л.
3. Методом розведення приготувати інші розчини  $\text{NaNO}_3$  з концентрацією 0,1 г/л, 0,01 г/л та 0,001 г/л. Ці розчини будуть використані як зразки порівняння.
4. На предметне скло нанести 1 краплю розчину (1 г/л)  $\text{NaNO}_3$  та додати 1 краплю розчину дифеніламіну в концентрованій кислоті.
5. При наявності в зразку іонів  $\text{NO}_3^-$  проба на предметному склі забарвлюється в синій колір.



6. Відмітити зміни та записати результати в таблицю.
7. Повторити експеримент з іншими більш розведеними розчинами  $\text{NaNO}_3$ .
8. Далі на предметне скло нанести 1 краплю зразка соку зі свіжих овочів чи фруктів та додати 1-2 краплі розчину дифеніламіну в концентрованій кислоті.
9. Результати експериментів занести в таблицю.

**Результати якісного аналізу природних об'єктів на вміст NO<sub>3</sub><sup>-</sup>-іонів**

<b>№ п/п</b>	<b>Опис зразка</b>	<b>Опишіть колір, інтенсивність</b>
	Розчин NaNO <sub>3</sub> з концентрацією 1 г/л	
	0,1 г/л	
	0,01 г/л	
	0,001 г/л	
1		
2		
3		

10. Порівняти отримані результати з допустимим вмістом нітратів у харчових продуктах. За результатами досліджень зробити висновки щодо можливості їх безпечного вживання за умови, що добова норма нітратів для дорослої людини становить 325 мг.

**Гранично допустимий вміст нітратів у деяких продуктах**

	ПДК, мг/кг
Листові овочі (салат, петрушка, кріп)	2000
Редис	1500
Капуста рання	900
Цибуля зелена	600
Цибуля ріпчаста	80
Кабачки	400
Морква	400 (рання) 250 (пізня)
Огірки	400 (тепличні) 150 (грунтови)
Картопля	250
Полуниця	100
Кавун, виноград, яблука, груші	60

\* в нестиглих овочах вміст нітратів може перевищувати зазначені показники ПДК

*Контрольні запитання:*

1. Чому наявність нітрат-іонів призводить до появи синього кольору?
2. Чи спостерігається залежність інтенсивності забарвлення від вмісту нітрат-іонів?
3. Поясніть результати аналізу, отримані при дослідженні природних об'єктів.

#### Робота 4.4. Якісне визначення сірководню (сульфід-іонів) в природній воді

##### Посуд і обладнання:

Стакан хімічний 50 або 100 мл – 1 шт.

Стакан для зважування – 1 шт.

Пробірки – 4 шт

Пінцет – 1 шт.

Чашка Петрі – 1 шт.

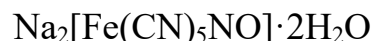
Фільтрувальний папір

Ножиці – 1 шт.

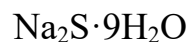
Ваги

##### Реактиви:

Натрій нітропрурид дігідрат



Натрій сульфід нонагідрат,



Дистильована вода

##### Хід досліду:

##### Приготування індикаторного паперу

1. Приготувати 5 % розчин натрій нітропруриду. Для цього потрібно зважити 0,25 г  $\text{Na}_2[\text{Fe}(\text{CN})_5\text{NO}] \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в стаканчику для зважування та додати 5 мл дистильованої води. Отриману суміш ретельно перемішати круговими рухами для розчинення сполуки у воді.
2. Аркуш фільтрувального паперу розрізати на 7-8 смужок шириною 0,5 см та довжиною 4-5 см.
3. Користуючись пінцетом занурити кожен смужок в розчин натрій нітропруриду та висушити, поклавши на чисту інертну (скляну) поверхню.
4. Готовий індикаторний папір необхідно зберігати в сухому герметичному контейнері в захищеному від світла місці.

##### Визначення сульфід-іонів в тестових зразках:

5. Перед початком досліджень необхідно приготувати водний розчин натрій сульфід  $\text{Na}_2\text{S}$  з концентрацією 1 г/л. Додати до кожного розчину кілька крапель розчину  $\text{NaOH}$ .
6. Методом розведення приготувати ще два розчини  $\text{Na}_2\text{S}$  з концентрацією 0,2 г/л та 0,02 г/л. Ці розчини будуть використані як зразки порівняння.
7. На окремі смужки індикаторного паперу нанести по одній краплі приготованих розчинів  $\text{Na}_2\text{S}$ , відзначити як впливає концентрація тестового розчину на інтенсивність забарвлення індикаторного паперу.
8. Для визначення наявності сірководню (сульфід-іонів) в зразках досліджуваної води потрібно нанести чистою піпеткою або скляною паличкою по 1 краплі зразка води на смужку індикаторного паперу. За наявності сульфід-іонів в пробі індикаторний папір забарвлюється в червоно-фіолетовий колір.
9. Результати записати в таблицю.

### Результати якісного аналізу на сірководень (сульфід-іони)

№ п/п	Опис зразка	Колір індикаторного паперу, його інтенсивність
	Розчин Na <sub>2</sub> S з концентрацією ____ г/л	
	____ г/л	
	____ г/л	
1		
2		
3		

10. Проаналізувати отримані результати, зробити висновки.

*Контрольні запитання:*

1. Поміркуйте, з яких джерел у природну воду може потрапляти сірководень.
2. За рахунок чого вміст H<sub>2</sub>S в природних об'єктах може змінюватися?
3. Чому необхідно контролювати вміст сірководню у природній воді? Чим він небезпечний?



