

**Міністерство освіти і науки України
Прикарпатський національний університет
ім. Василя Стефаника
Інститут природничих наук
Кафедра теоретичної і прикладної хімії**

**Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторних робіт
для студентів спеціальності «екологія», «біологія», «агрохімія»**

**з курсу «Аналітична хімія навколишнього
середовища»**

Методична розробка:

Доц.. Ядлош-Версти О.М.

м. Івано-Франківськ

2010

Зміст

1. Вступ-----	3
2. Лабораторна робота №1-----	5
3. Лабораторна робота №2-----	10
4. Лабораторна робота №3-----	14
5. Лабораторна робота №4-----	18
6. Література-----	24

ВСТУП

Вивчення курсу “Аналітична хімія навколишнього середовища” входять в спеціальну програму предметів спеціальності “Хімія”.

Актуальність. При досить високих вимогах до знань студентів-хіміків наявна програма не дозволяє розширити та поглибити цей курс через обмеження кількості годин, що відводяться для нього. На заводі самостійному оволодінні цими знаннями (особливо студентами-заочниками) стають такі фактори як недоступність літератури та сильне перевантаження наявної літератури необов’язковими, зайвими для студента-хіміка даними. Це й обумовило підбір матеріалу для створення конспекту лекцій з аналітичної хімії навколишнього середовища.

Аналітична хімія—це наука про методи аналізу речовин.

Предметом цієї науки є теорія і практика аналізу.

Аналітична хімія включає методи якісного і кількісного аналізу за допомогою яких можна судити про якісний склад речовин і встановлювати кількісне співвідношення елементів і хімічних сполук даної речовини.

Ця наука має виключно, як наукове, так і практичне значення. Успіхи хімії у всіх її численних областях в значній степені визначаються успіхами хімічного аналізу.

Основні закони хімії опираються на результати багаточисельних точних аналітичних досліджень. По результатах аналітичних визначень знаходять атомні маси хімічних елементів, хімічні еквіваленти, встановлюються різні константи, формули окремих сполук.

Без сучасних методів аналізу нереальний синтез великої кількості хімічних сполук.

Аналітична хімія відіграє велику роль в науковому і технічному прогресі, в певній мірі сприяє розвитку багатьох наук, наприклад таких як: геохімія, мінералогія, агрохімія і ін.

Вивчення аналітичної хімії поглиблює і доповнює знання, одержані при вивченні загальної хімії, неорганічної та органічної хімії.

Метою роботи є підготовка і збір матеріалів для видачі конспекту лекцій з аналітичної хімії навколишнього середовища.

Об'єктом досліджень була аналітична хімія навколишнього середовища, а **предметом**—курс лекцій з аналітичної хімії навколишнього середовища.

**Міністерство освіти і науки України
Прикарпатський національний університет
ім. Василя Стефаника
Інститут природничих наук
Кафедра теоретичної і прикладної хімії**

**Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи №1**

**з курсу «Аналітична хімія навколишнього
середовища»**

**Запах як інтегральний показник хімічного
складу води**

м. Івано-Франківськ

2010

Лабораторна робота №1

Тема: Запах як інтегральний показник хімічного складу води

Мета: Визначити інтенсивність запаху питної води та порог інтенсивності запаху.

Теоретична частина

Запах інтегральний показник хімічного складу води зумовлений леткими органічними речовинами, що пахнуть і потрапляють у воду природним шляхом або зі стічними водами. Питна вода і води на виробництві повинні бути без запаху.

Для того, щоб визначити запах води спочатку встановлюють характер запаху. Потім визначають його інтенсивність органолептично чи методом «порогового дослідження». Запах визначають на місці відбору проби води.

Визначення інтенсивності запаху питної води і органолептичне визначення. Характер запаху питної води можна визначити при температурі 20⁰С та 60⁰С, а інтенсивність за п'ятибальною шкалою (табл. 1)

Проведенню визначення запаху може заважати сірководень або вільний хлор, в тому випадку коли вони не є об'єктами дослідження. Для виведення сірководню додають кілька краплин 10% розчину ацетату кадмію, а вільний хлор—введенням 10% розчину Na₂S₂O₃.

Прилади і матеріали:

1. термометр
2. електро-обігрівач
3. сірководень або вільний хлор
4. ацетат кадмію
5. питна вода

Визначення інтенсивності запаху питної води

Інтенсивність (бали)	Характеристика по запаху	Поява запаху
0	Без запаху	Відсутність запах.
I	Дуже слабкий	Запах, який не відчуває споживач, але виявляє дослідник.
II	Слабкий	Запах відчуває споживач, якщо звернути на це його увагу.
III	Помітний	Запах легко визначається; вода неприємна для пиття.
IV	Виразний	Запах привертає до себе увагу; він може спонукати не пити воду.
V	Дуже сильний	Запах настільки сильний, що воду не можна пити.

*Експериментальна частина**Методичні вказівки**Хід визначення питомої електропровідності води***1. Визначення інтенсивності запаху питної води і органолептичне визначення.**

При температурі 20⁰С в конічну колбу вносять 250 мл проби води. Колбу закривають корком і енергійно збовтують. Потім відкривають колбу і органолептично визначають характер запаху та його інтенсивність. Для визначення в колбу 2 наливають 250 мл проби, закривають годинниковим склом і, перемішуючи розчин, нагрівають на водяній бані до температури 60⁰С. Після нагрівання колбу відкривають і визначають органолептично характер та інтенсивність запаху.

2. Визначення порогової інтенсивності запаху.

Інтенсивність запаху визначають при температурі 20-60⁰С шляхом розбавлення проби води дистильованою водою доти, доки не зникне запах.

В табл.2 наведена методика розбавлення проб води при умові, що загальний об'єм після розведення становить 200 мл. Для того, щоб обчислити порогову інтенсивність запаху використовують формулу:

$$P = \frac{200}{V}$$

де V – об'єм проби води, яку було взято для приготування суміші, мл.

Таблиця 2.

Розбавлення проб води для визначення порогової інтенсивності запаху.

Проба води, мл	200	135	100	65	50	40	33	25	20
Інтенсивність запаху, P	1	1,5	2	3	4	5	6	8	10

Контрольні запитання

1. Яка вода має запах?
2. Як визначити запах води?
3. Які сполуки заважають визначенню запаху води?
4. Як визначити інтенсивність запаху питної води?
5. Як визначити порогову інтенсивність запаху?

**Міністерство освіти і науки України
Прикарпатський національний університет
ім. Василя Стефаника
Інститут природничих наук
Кафедра теоретичної і прикладної хімії**

**Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи №2**

**з курсу «Аналітична хімія навколишнього
середовища»**

Визначення питомої електропровідності води

м. Івано-Франківськ

2010

Лабораторна робота №2

Тема: Визначення питомої електропровідності води.

Мета: Визначити питому електропровідність води. Навчитися працювати з термостатом.

Теоретична частина

Питома електропровідність зумовлена наявністю в розчині іонів. Розмірність електро -провідності Ом/м, яка дорівнює електричній провідності 1 м³ розчину, що знаходиться між паралельними електродами на відстані 1 м один від одного та площею 1 м².

Питома електропровідність—це величина яка протилежна електричному опору розчину, що знаходиться між двома електродами з поверхнею 1 см² і віддаленими один від одного на відстань 1 см. Вона залежить від температури розчину і від його складу, а саме від активності і величини заряду катіонів та аніонів.

Якщо взяти води, до складу яких входять переважно неорганічні сполуки, то тут питома електропровідність є приблизним показником концентрації неорганічних електролітів. Коли аналізують воду, величину провідності вимірюють при 20⁰С. Визначення електропровідності води проводять не пізніше однієї доби після відбору проби. Результати виражають у мксм см⁻¹.

Вимірювання електропровідності проводять у водяному термостаті або на водяній бані після досягнення певної температури. Якщо температура підвищиться або знизиться на 1⁰С, то це призведе до помилки в результаті.

Щоб уникнути поляризації поверхню електродів покривають платиновою черню. Якщо вимірювання проводити змінним струмом з частотою ≥ 1000 Hz, при цьому використовуючи електроди з великою поверхнею, то можна зменшити поляризацію.

На результати вимірювання електропровідності впливає також забруднення електродів, тому одержані результати будуть неправильними.

Експериментальна частина

Прилади і матеріали:

6. дві скляні посудини
7. термостат
8. електроди
9. вода

Методичні вказівки

Хід визначення питомої електропровідності води

Для визначення беруть дві посудини, в які наливають воду. Пробу води в посудинах кладуть в термостат і залишають до встановлення температури проби 20⁰С. Електроди вміщують в першу посудину і обмивають їх поверхню кількаразовим занурюванням. Потім електроди виймають, дають щоб з них стекла вода і занурюють у другу посудину, де вже проводять виміри. Опір розчинів вимірюють способом, що відповідає приладу, який використовується.

Тоді за формулою обчислюють питому електропровідність:

$$\kappa = \frac{Kf \cdot 10^6}{R}$$

де К – константа посудини;

R – вимірюваний опір, Ом;

f – поправка на температуру.

Коефіцієнт f для різних температур визначається так:

$$f = 7,5961 \cdot 10^{-4} \cdot t^2 - 5,5122 t + 1,7885$$

Сама ж розмірність електропровідності буде: [мк См см⁻¹]

Щоб визначити константу К посудини використовують стандартні розчини КСІ з концентрацією 0,1 або 0,01 моль/л. Температуру беруть 25⁰С. тоді питома електропровідність буде 0,01289 та 0,001412 Ом см⁻¹.

Константа К буде дорівнювати:

$$K = \kappa R$$

де κ – питома електропровідність розчину КСІ певної концентрації.

Контрольні запитання

1. Що таке питома електропровідність, в яких одиницях вимірюється?
2. Формула обчислення питомої електропровідності.
3. Яка температура необхідна для вимірювання питомої електропровідності, що впливає на результати вимірювань?
4. За яким принципом працює прилад для вимірювання питомої електропровідності

**Міністерство освіти і науки України
Прикарпатський національний університет
ім. Василя Стефаника
Інститут природничих наук
Кафедра теоретичної і прикладної хімії**

**Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи №3**

**з курсу «Аналітична хімія навколишнього
середовища»**

Азот. Метод К'єльдаля

м. Івано-Франківськ

2010

Лабораторна робота №3

Тема: Визначення «загального азоту» по методу К'ельдаля.

Мета: Визначити кількість «загального азоту» по методу К'ельдаля.

Теоретична частина

Якщо взяти природні води і матеріальний баланс в них, то співвідношення між різними формами сполук азоту при розрахунках береться, як загальна кількість всіх речовин, до складу яких входить азот. Ця кількість речовин дістала назву «загального азоту», який виражається в мг N/л проби води.

Суть методу К'ельдаля полягає в тому, при нагріванні органічних азото – вмісних з сумішшю концентрованої сірчаної кислоти та сульфату калію в присутності каталізатора (солі Cu, Hg) відбувається розклад цих речовин з утворенням гідросульфату амонію. Потім до розчину додають надлишок лугу і відганяють аміак, збираючи його в розчин кислоти з відомою концентрацією. Кількість аміаку визначають за витратою кислоти тетраметричним способом. Нітрати і нітроти, які є в пробі, відновлюють воднем до NH_3 , а потім суміш мінералізують.

Експериментална частина

Прилади і матеріали:

1. колба К'ельдаля
2. водяна баня
3. перегонний апарат
4. приймач для титрування
5. сірчана кислота
6. порошок заліза
7. фенолфталеїн, метиловий червоний
8. гідроксид натрію

Методичні вказівки

Хід визначення «загального азоту» по методу К'ельдаля

Пробу води об'ємом від 25 до 100 мл в залежності від вмісту азоту вносять в колбу К'ельдаля. Додають 5 мл сірчаної кислоти (1:3) і приблизно 0,5 г порошку заліза. Потім суміш нагрівають на водяній бані до повного розчинення заліза. Суміш охолоджують та додають до неї 50 мл розчину для мінералізації (134 г K_2SO_4 , 200 мл концентрованої H_2SO_4 і 2 г HgO в 1 л води). Це все нагрівають знову і кип'ятять 20-30 хв. Залишок, що знаходиться в колбі розбавляють бідистилятом приблизно до 300 мл, додають кілька крапель фенолфталеїну. Суміш нейтралізують розчином, який складається з 500 г $NaOH$ і 25 г $Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O$ в 1 л води. Складають перегонний апарат, до якого під'єднують колбу і відганяють біля 200 мл розчину у приймач з 25 мл сірчаної кислоти, $C [1/2 H_2SO_4] = 0,02$ моль/л.

Проводять титрування дистилляту 0,02 моль/л $NaOH$ з індикатором метиловим червоним. Одночасно визначають кількість $NaOH$, яке йде на титрування 25 мл сірчаної кислоти у приймачі.

«Загальний азот» розраховують по формулі:

$$C_x = \frac{(v_1 - v_2) \cdot C \cdot M \cdot 0,78 \cdot 100}{V} \quad [1]$$

де v_1 – об'єм розчину $NaOH$, що був витрачений на титрування H_2SO_4 (25 мл);

v_2 – об'єм розчину $NaOH$, що був витрачений на титрування дистилляту, мл;

V – об'єм проби води, мл

C – концентрація H_2SO_4 , моль екв/л

M – молярна маса еквівалента NH_4 ;

0,78 - коефіцієнт перерахунку NH_4^+ на N.

Контрольні запитання

1. Що таке «загальний азот», у яких одиниця вимірюється?
2. Суть методу К'ельдаля.
3. Яким способом визначається кількість аміаку?
4. «Загальний азот» розраховують по формулі.

**Міністерство освіти і науки України
Прикарпатський національний університет
ім. Василя Стефаника
Інститут природничих наук
Кафедра теоретичної і прикладної хімії**

**Методичні вказівки та інструкція
до виконання лабораторної роботи №4**

**з курсу «Аналітична хімія навколишнього
середовища»**

Визначення вуглець органічних сполук у воді

м. Івано-Франківськ

2010

Лабораторна робота №4

Тема: Визначення вуглець органічних сполук у воді.

Мета: Визначити вміст вуглець органічних сполук у воді.

Теоретична частина

Органічні речовини, що містяться у водах, утруднюють визначення кожної з них. Тому оцінюють тільки загальний вміст речовин, застосовуючи при цьому непрямий метод, це метод, який ґрунтується на окисненні органічних сполук дихроматом калію, або так зване хімічне споживання кисню (ХСК). Але результати аналізу часто є хибними, оскільки залежать від умов проведення реакцій. Тому ХСК замінюють іншим методом, а саме: вуглець, що знаходиться в органічних сполуках окислюють методом «мокрого спалювання» фотохімічним окисненням до CO_2 . Умови проведення окиснення дуже жорсткі, а це дає хороші результати.

Окиснення органічних сполук проводять сумішшю окисників та при каталітичній дії солі срібла з утворенням діоксиду вуглецю, що поглинається розчином лугу. CO_2 визначається методом зворотного титрування кислотою.

Але визначенню перешкоджають неорганічний зв'язаний вуглець, який міститься в карбонатах, та усі речовини, які в умовах визначення утворюють хлор. Та цьому можна запобігти при приготуванні реагентів та виконанні аналізу. Наприклад, хлор поглинають розчином йодиду; якщо є сульфіти з яких виділяється SO_2 , то його видують разом з CO_2 .

Для приготування реактивів, які потрібні для визначення необхідно використовувати бідистильовану воду.

Прилад для визначення вуглецю органічних сполук (рис 1)

складається з колби для кип'ятіння ємністю 250 мл з круглим дном і коротким горлом, u-подібної трубки з притертими пробками, яка наповнена скляними кульками, холодильника, посудини для титрування ємністю 100-200 мл, увідна і відвідна трубки для газів, крапельна лійка, дві автоматичні бюретки на 25 мл, груша, мембранний насос, промивалки, фільтрувальні пластинки.

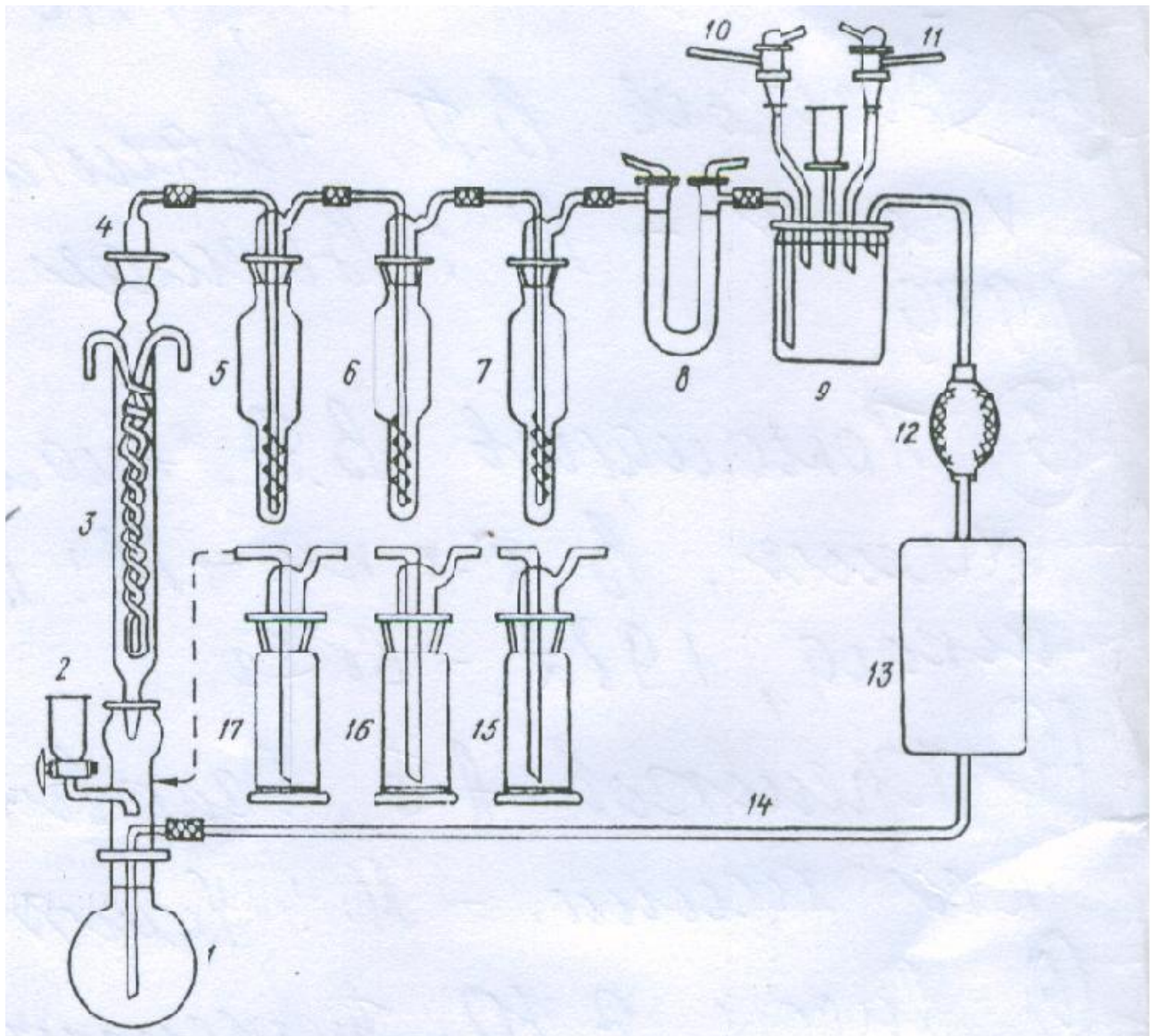


Рис.1. Прилад для визначення вуглецю органічних сполук ($C_{\text{орг.}}$) у природних водах

Експериментальна частина

Прилади і матеріали:

1. прилад для вимірювання вуглицю органічних сполук
2. концентрована сірчана кислота
3. термометр
4. бюретка
5. розчин КJ
6. $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
7. розчину гідроксиду барію
8. суспензії сульфату срібла
9. CrO_3 ; P_2O_5

Метдичні вказівки

Хід визначення вмісту вуглеводневих органічних слолук у воді

В колбу наливають 25 мл проби води. Промивалку 5 заповнюють концентрованою H_2SO_4 для поглинання SO_2 . У промивалку 6 наливають розчин КJ. У промивалці 7 знаходиться 20% розчин $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$. Потім у крапельну лійку 2 наливають 20 мл концентрованої H_2SO_4 , з якої 5 мл переливають у колбу. З'єднувальну трубку 14 від'єднують, а на її місце приєднують промивалки для очищення повітря від CO_2 . Вмикають мембранний насос 13, впускають воду в холодильник 3. Колбу 1 нагрівають до $40-60^\circ\text{C}$ протягом 15 хв. В посудину для титрування 9 наливають з автоматичної бюретки 10-20 мл розчину гідроксиду барію з молярною концентрацією 0,1 моль/л, або 0,01 моль/л. Насос вмикають, від'єднують промивалки для очищення повітря і швидко приєднують трубку 14. Знову вмикають насос. В колбу вводять з крапельної лійки залишок H_2SO_4 , 2 мл суспензії сульфату срібла, 5 мл суміші для окиснення (340 г CrO_3 ; 100 г P_2O_5 ; 400 мл бідистиляту; 20 мл суміші H_2SO_4 та P_2O_5 (50 г P_2O_5 і 500 мл H_2SO_4)).

Колбу нагрівають і кип'ятять розчин 60 хв. Насос вмикають, трубку 14 замінюють на промивалки для очищення повітря і знову вмикають насос. У

посудину для титрування до $\text{Ba}(\text{OH})_2$ додають 5 крапель фенолфталеїну і титрують HCl 0,1 моль/л до знебарвлення індикатора. Посудину для титрування вимикають, виймають пробки і відключають насос.

Вміст органічного вуглецю визначають по формулі.

$$C_x = \frac{(v_1 - v_2) \cdot C \cdot M \cdot 1000}{V}$$

де v_1 – об'єм розчину HCl витрачений на титрування в холостому досліді, мл;

v_2 – об'єм розчину HCl витрачений на титрування проби води, мл;

V – об'єм проби, мл;

C – концентрація розчину HCl , моль/л;

M – молярна маса еквіваленту вуглецю, $M (1/2 \text{ C}) = 6,00$.

Контрольні запитання

1. Який метод використовується для аналізу вміст речовин?
2. Які речовини перешкоджають визначенню органічних сполук?
3. Прилад для визначення вуглецю органічних сполук.
4. Формула для визначення органічного вуглецю.

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Пилипенко А., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. В 2-х кн.—М.: Химия, 1990.-745 с.
2. Васильев В.П. Аналитическая химия—М.: Высшая школа, 1989.
3. Пономарев В.Д. Аналитическая химия. В 2-х кн.—М.: Высшая школа, 1982.-607 с.
4. Крешков А.П. Основы аналитической химии—М.: Химия,1970.
5. Лисон Э.Ю. Теоретические основы аналитической химии—М.: Высшая школа,1987.-303 с.
6. Бончев П.Р. Введение в аналитическую химию—Л.: Химия, 1978.495 с.
7. Аналітична хімія навколишнього середовища-Набиванець, сухан, 1997.
8. Дмитриев М.Т., Казнина Н.И. Санитарно-химический анализ загрязняющихся веществ в окружающей среде. Справочник.—М.: Химия, 1989-370 с.
9. Линник И.Н. Набиванец Б.И. Формы миграции металлов в пресных поверхностных водах—Л.: Гидрометеиздат, 1986.-370 с.
- 10.Набиванец Б.И., Линник И.Н. Калабина Л.В. Кинетические методы анализа природных вод—К.: Наукова думка. 1981- 139 с.
- 11.Перегуд Е.А., Гернет Е.В. Химический анализ воздуха промышленных предприятий—Л.: Химия, 1973.-440 с.
- 12.Руководство по химическому анализу поверхностных вод суши /Под ред. проф. А.Д.Семенова—Л.: Гидрометеиздат, 1977.-541 с.
- 13.Унифицированные методы анализа вод /Под общей ред. проф. Лурье Ю.Ю. —М.: Химия, 1971.-375 с.
14. Білак С.П. Мінеральні води Закарпаття—Львів: Вища школа, 1986.- 165 с.
15. Филатов В.А. Вредные вещества в окружающей среде—М.: Знание,1992.
16. Барис Дж. Химия окружающей среды—М.: Химия, 1982.

17. Справочник по физико-химическим методам исследования объектов окружающей среды /Под ред. Арановича Г.И.—Л.: Судостроение, 1979. - 647 с.
18. Горєв Л.М., Нелешенко В.І., Хільчевський В.К. Радіоактивність природних вод—К.: Вища школа, 1993.-174 с.
19. Алекин О.А., Ляхин Ю.И. Химия океана—Л.: Гидрометеиздат, 1984.-344 с.
20. Куориз Уильям Об охране окружающей среды – Мир, 1978.