

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ВОДЫ

ПИТЬЕВАЯ И ПРИРОДНАЯ ВОДА,
ПОЧВЕННЫЕ ВЫТЯЖКИ

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ВОДЫ



Christmas®

ПИТЬЕВАЯ И ПРИРОДНАЯ ВОДА,
ПОЧВЕННЫЕ ВЫТЯЖКИ

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ВОДЫ

**Питьевая и природная вода,
почвенные вытяжки**

УДК 542+543.3(035)
ББК 26.222с+28.081.72+74.264.5
Р-85

Р-85 Руководство по анализу воды. Питъевая и природная вода, почвенные вытяжки / Под ред. к.х.н. А.Г. Муравьева. — СПб.: «Крисмас+», 2011. — 264 с., илл.

С о с т а в и т е л и: Муравьев Александр Григорьевич,
Данилова Валентина Васильевна,
Осадчая Нина Алексеевна,
Субботина Ирина Васильевна,
Филаткина Ирина Александровна,
Кравцова Елена Борисовна,
Смолев Борис Владимирович,
Мельник Анатолий Алексеевич.

Р е ц е н з е н т: к.х.н., д.п.н. Роговая Ольга Геннадьевна

Руководство предназначено для оператора, выполняющего химический анализ питьевой и природной воды и почвенных вытяжек с применением комплектного оборудования производства ЗАО «Крисмас+» — полевых лабораторий «НКВ», тест-комплектов и укладок на их основе.

В книге описаны правила отбора и подготовки проб, процедуры выполнения анализов, приведена разнообразная полезная информация, даны библиографические ссылки на руководства и действующие нормативно-методические документы по анализу воды. Текст руководства содержит много иллюстраций, создающих наглядность и облегчающих выполнение анализа.

Руководство рекомендуется специалистам-гидрохимикам, преподавателям, учителям школ, педагогам дополнительного образования, студентам вузов, учащимся профильных классов, а также всем интересующимся вопросами контроля качества воды.

УДК 542+543.3(035)
ББК 26.222с+28.081.72+74.264.5

ISBN 978-5-894-95191-7

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	5
1. Введение. О портативных комплектах и унифицированных методиках химического анализа	6
2. Характеристика применяемого оборудования	10
2.1. Определяемые показатели, методы анализа и комплектные изделия	10
2.2. Полевая комплектная лаборатория «НКВ»	18
2.2.1. Общие сведения, назначение и области применения	18
2.2.2. Состав, модификации, характеристики	18
2.2.3. Комплектность и укладка	22
2.2.4. Правила хранения, приемки, применения лаборатории	22
2.3. Тест-комплекты	23
2.3.1. Общая характеристика и назначение	23
2.3.2. Технические данные и методы анализа	24
3. На что следует обратить внимание при работе с портативными комплектами (полезная информация)	25
3.1. Общие сведения о применении портативных комплектов для химического анализа	25
3.2. Рабочие условия при анализе	27
3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах	28
3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций	31
3.4.1. Органолептические методы	32
3.4.2. Титриметрические методы	32
3.4.3. Колориметрические методы	34
3.4.4. О выполнении анализа с фотоколориметрированием проб	36
3.4.5. Об анализе почвенных вытяжек	41
3.5. Неопределенности и погрешности измерений	42
3.6. Точность анализа и факторы, ее определяющие	45
3.7. Система контроля и документирования результатов	48
4. Меры безопасности при выполнении анализов	50
4.1. Факторы опасности	50
4.2. Общие правила безопасной работы	51
4.3. Правила работы с едкими веществами и растворами	52
4.4. Правила работы с растворителями	52
5. Отбор проб и их консервация	54
5.1. Общие правила отбора проб	54
5.2. Отбор проб из водоисточников	55
5.3. Консервация проб воды	58
5.4. Отбор и подготовка проб почвы	66
5.4.1. Общие правила отбора проб почвы	66
5.4.2. Отбор объединенной пробы методом конверта	67
5.4.3. Подготовка проб почвы к анализу	68
5.4.4. Унифицированная методика приготовления почвенных вытяжек	69

6. Показатели и процедуры анализа	72
6.1. Алюминий	72
6.2. Аммоний	76
6.3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)	79
6.4. Вкус и привкус	83
6.5. Водородный показатель (pH)	84
6.6. Диоксид углерода	87
6.7. Железо общее	96
6.8. Жесткость общая, кальций и магний	101
6.9. Запах	109
6.10. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность	113
6.11. Кислород растворенный	122
6.12. Кислотность	133
6.13. Металлы, сумма	136
6.14. Мутность и прозрачность	141
6.15. Нефтепродукты	146
6.16. Нитраты	153
6.17. Нитриты	158
6.18. Окисляемость перманганатная, метод Кубеля	161
6.19. Пенистость	169
6.20. Поверхностно-активные вещества, анионоактивные	169
6.21. Свинец	173
6.22. Сероводород и сульфиды	179
6.23. Солесодержание общее, натрий и калий, сухой остаток (расчетные методы)	185
6.24. Сульфаты	188
6.25. Фенолы	195
6.26. Формальдегид	202
6.27. Фосфаты и общий фосфор	208
6.28. Фториды	218
6.29. Хлор активный	223
6.30. Хлориды	228
6.31. Цветность	232
Приложения	
1. Протокол исследования качества воды	237
2. Набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест 2020-К»	238
3. Комплектные изделия, расходные материалы и принадлежности для химического анализа	241
Список литературы	251
Список нормативных документов	253
Российские и международные стандарты	253
Методики выполнения измерений на основе тест-комплектов ЗАО «Крисмас+»	255
Методики количественного химического анализа ПНДФ, РД 52...	256
Алфавитный указатель	258

Предисловие

Настоящее руководство посвящено выполнению химического анализа питьевой и природной воды по основным показателям качества, а также водорастворимых почвенных вытяжек с применением комплектных портативных изделий, производимых научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+». Такими изделиями являются полевые лаборатории «НКВ» и их модификации, тест-комплекты и различные укладки на их основе, предполагающие применение унифицированных методик и технологий химического анализа.

Издание настоящего специализированного руководства обусловлено востребованностью полевых методов гидрохимического анализа, а также разработкой методик выполнения измерений, пригодных для применения в полевых условиях, и их государственной метрологической аттестацией.

Руководство предназначено для максимального облегчения работы оператора при анализе с применением конкретного изделия, а также, учитывая сложившуюся унификацию методик анализа, представляет собой методическое пособие для широкого круга потребителей соответствующей продукции ЗАО «Крисмас+».

В руководстве описаны правила отбора и подготовки проб, процедуры выполнения анализов, приведена разнообразная полезная информация, даны библиографические ссылки на руководства и действующие нормативно-методические документы по анализу воды. Текст руководства насыщен иллюстрациями, создающими наглядность и облегчающими выполнение анализа. Приведенная информация о показателях и методиках анализа касается тех определений, которые выполняются с полевой лабораторией «НКВ» и соответствующими тест-комплектами. Для удобства пользователя издания показатели и методики их определения приведены в алфавитном порядке. Издание снабжено алфавитным указателем и списком литературы и нормативных документов.

Реквизиты для отзывов и пожеланий:

191180 Россия, Санкт-Петербург, наб. реки Фонтанки, 102.

Научно-производственное объединение ЗАО «Крисмас+».

Тел./факс: (812) 325-34-79, 713-20-38.

Тел.: (812) 575-54-05, 575-88-14, 764-61-42.

E-mail: info@christmas-plus.ru

1. ВВЕДЕНИЕ.

О ПОРТАТИВНЫХ КОМПЛЕКТАХ И УНИФИЦИРОВАННЫХ МЕТОДИКАХ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА

Аналитические задачи, решаемые при исследовании воды, оценке состояния водных объектов и почвы в профессиональных и учебных лабораториях, часто требуют применения методов, которые, давая количественную информацию, тем не менее, являются портативными. Свойство портативности применительно к методикам химического анализа предполагает использование минимальных количеств пробы, растворов, химикатов и обеспеченность соответствующими средствами измерений и принадлежностями (малогабаритными пипетками, дозаторами, калиброванными склянками и т.п.), при отсутствии потребности в типично лабораторном оборудовании. В связи с этим возникла потребность в комплектах изделий для химического анализа, в составе которых есть все необходимое и достаточное для выполнения анализа. Такое портативное оборудование производится научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+» — это полевые лаборатории «НКВ», «НКВ-2», а также тест-комплекты и различные укладки на их основе (ранцевые полевые лаборатории «НКВ-Р» и «НКВ-Р/м»), укладка полевого химического контроля «УКВ», мини-экспресс-лаборатория «Пчелка-У/хим», набор химических средств «НХС-вода» и др.

Применение несложных портативных методов и соответствующего оборудования (тест-комплектов, полевых лабораторий и даже тест-систем) на начальном этапе химико-аналитических работ всегда приветствовалось, т.к. очевидно позволяет рационализировать производственный процесс, получить ценную первичную информацию (в т.ч. по составу неизмеряемых компонентов). Это позволяет обосновать выбор дальнейшего инструментария для лабораторных исследований, а в ряде случаев — и ограничиться полученной первичной информацией, тем самым сведя к минимуму затраты на получение массива аналитической информации.

Портативность для методов «мокрой химии» многими специалистами связывается с возможностью их применения в полевых условиях, и для такого сопоставления есть нормативная основа. Из большого числа методов анализа воды и почвенных вытяжек специалистами выделена относительно небольшая группа методов, называемых *полевыми*. ГОСТ 24902 определяет полевой метод как пригодный к применению непосредственно в полевых условиях, при отсутствии

водопровода, централизованных источников электроэнергии, стационарных и специально оборудованных лабораторных помещений.

Для методов «мокрой химии» и комплектов на их основе свойство портативности создает ряд новых полезных, а в ряде случаев — незаменимых потребительских качеств. Именно такими свойствами обладают многие производимые ЗАО «Крисмас+» портативные комплекты. Используемые в портативных комплектах унифицированные методики гидрохимического анализа можно рассматривать как несколько упрощенные модификации более сложных лабораторных методик. Эти упрощения обусловлены разными средствами, в частности:

- применением визуально-колориметрического определения на завершающем этапе определения вместо (либо в дополнение) фотометрического;
- изменением состава аналитических растворов — упрощением и ускорением их дозировки (например, вместо разбавленных растворов реагентов используются растворы с повышенной концентрацией, вместо жидких — сухие сыпучие и др.);
- уменьшением (минимизацией) объема пробы для анализа;
- применением портативных средств дозировки растворов и проб (например, использованием вместо пипеток или мерных цилиндров шприцев-дозаторов или мерных склянок).

Модификация аттестованных методик выполнения измерений позволяет рассматривать соответствующие технологии анализа в их портативном варианте как безусловно пригодные для количественных химических измерений.

Портативные методики анализа, так же как их более сложные лабораторные аналоги, в необходимых случаях предусматривают различные добавки в аналитические растворы. Применение добавок определенного назначения (буферных, стабилизирующих, связывающих, фиксирующих и т.п.) позволяет обеспечить избирательность анализа и использовать предлагаемые методы для контроля основных показателей качества питьевой воды, природных (поверхностных и подземных) показателей водно-химического режима энергетических и силовых установок, а по некоторым показателям — и нормативно-очищенных сточных вод.

Таким образом, применение полевых лабораторий «НКВ» и их модификаций, тест-комплектов и т.п. предполагает проведение химического анализа унифицированными методиками, имеющими *единую базу специальных комплектующих (портативных средств дозировки, посуды, принадлежностей, укладки), а также единый технологический цикл приготовления и контроля качества готовых аналитических растворов.* При этом применяемые унифицированные методики анализа в максимально возможной степени отвечают принципам единства и точности измерений и соответствуют действующим нормативным документам и общепринятым профессиональным руководствам по анализу воды.

1. ВВЕДЕНИЕ

При выполнении анализов, предусматривающих обязательное термостатирование, прокаливание, точное взвешивание и т.п. (например, определение БПК, общего фосфора), портативное оборудование также оказывается полезным, т.к. позволяет выполнять большую часть подготовительных и аналитических операций в полевых условиях.

Наконец, важным достоинством портативного оборудования ЗАО «Крисмас+» является обеспеченность всех изделий готовыми к применению паспортизованными расходными материалами — химическими реактивами, индикаторами, буферными и др. растворами, — легко возобновляемыми при их израсходовании или истечении срока годности.

Использование тест-комплектов и полевых лабораторий для количественного химического анализа проб воды аккредитованными испытательными лабораторными центрами (аккредитованными лабораториями) в нашей стране долгое время сдерживалось из-за отсутствия соответствующих аттестованных методик выполнения измерений (МВИ), узаконивающих использование этого оборудования для измерений*. В числе действующей в России документации практически нет аттестованных методик количественного химического анализа воды, разработанных для использования вне лабораторий. Речь может идти лишь о применимости тех или иных ранее аттестованных МВИ к полевым условиям. Многих заинтересованных в выполнении измерений вне лабораторий такая практика удовлетворить не могла, т.к. даже если и удастся подобрать МВИ, пригодную для полевых анализов какого-либо компонента, то ее описания содержат лишь перечень средств оснащения (оборудования, средств измерений) и алгоритм анализа. Подборка же необходимых средств оснащения и расходных материалов для анализа ложилась на плечи оператора и оказывалась подчас сложной и трудновыполнимой (если вообще выполнимой) задачей.

При анализах с применением ряда портативных комплектов производства ЗАО «Крисмас+» используются аттестованные МВИ класса ПНД Ф с незначительной модификацией, что не препятствует их применению в области госконтроля (например, в тест-комплекте «Растворенный кислород-БПК» измерения проводятся в соответствии с ПНД Ф 14.1:2.101-97 (2004). Многие тест-комплекты («Железо», «Хлорид», «Аммоний», «Ортофосфаты» и др.), а также полевые лаборатории применяются с использованием МВИ, **специально разработанных ЗАО «Крисмас+» и аттестованных для полевых условий.**

Следует отметить важную для практиков особенность новых полевых МВИ, разработанных и аттестованных ЗАО «Крисмас+»: в название введен главный

* За рубежом широко используется аналогичная продукция — в частности, портативные лаборатории с колориметром типа DREL-2400 (HACH Co, США).

признак их практической применимости и обеспеченности соответствующим оборудованием — то, что анализ выполняется на основе соответствующего тест-комплекта. Кроме того, учитывая использование малых объемов проб и растворов, что весьма удобно для измерений в полевых условиях, нормы погрешности измерений аттестованных МВИ соответствуют, в основном, требованиям ГОСТ 27384.

Выполнение комплекса работ по созданию и метрологической аттестации полевых МВИ на основе тест-комплектов крайне благоприятно сказалось на качестве и потребительских свойствах тест-комплектов и полевых лабораторий, т.к. привело к расширению области их применения и совершенствованию унифицированных методик анализа как инструментов для химического анализа вне лабораторий.

Таким образом, полевые методы и комплекты для гидрохимического анализа на их основе сегодня представляют собой инструментарий, позволяющий выполнять разнообразные химические анализы, и пригодный для эффективной работы в полевых и лабораторных условиях разным категориям специалистов — службам санитарно-химического, гидрологического, экологического и технологического контроля, в структурах МЧС и ГО, геологоразведки и охраны окружающей среды, а также в образовательных учреждениях и др. При использовании портативного оборудования в комплексе с аттестованными унифицированными МВИ ЗАО «Крисмас+» анализ воды осуществляется в соответствии с требованиями государственной системы единства и правильности измерений в полном объеме задач количественного химического анализа.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.1. Определяемые показатели, методы анализа и комплектные изделия

Основные показатели, характеристики унифицированных методов их определения, а также комплектные изделия ЗАО «Крисмас+», позволяющие выполнять соответствующие анализы питьевой и природной воды, а также почвенных вытяжек, представлены в табл. 1.

В графе «Показатель» приведены наименования показателей качества воды, определяемых рассматриваемыми в настоящем руководстве методиками и средствами. Терминологически наименования показателей соответствуют названиям, используемым в нормативной литературе.

В графе «Определяемые компоненты» приведены наименования компонентов, определяемых при анализе соответствующих показателей. Наименования показателей и определяемых компонентов не всегда совпадают.

В графе «Определяемые концентрации» приведены значения концентраций, соответствующие диапазонам измерений при титриметрическом и фотоколориметрическом определении, либо, при визуально-колориметрическом определении, — цветным образцам контрольной шкалы.

В графе «Методы» приведены основное наименование метода, характеризующее его физико-химические признаки, и дополнительный признак, характеризующий химизм метода. При описании использованы сокращения (приведены перед табл. 1).

В графе «НТД» приведены ссылки на действующие нормативно-технические документы, по которым осуществляется определение, либо на профессиональные руководства по анализу. Отсутствие информации в данной графе означает, что для определения соответствующего показателя данным методом не предусмотрено действующего нормативного документа (Методики выполнения измерений).

В графе «Наименование изделий» приведены в сокращенном виде названия изделий, комплектов оборудования и упаковок, в которых используются данные методики и соответствующие тест-комплекты.

Таблица 1

**Анализируемые показатели и унифицированные методики в составе изделий ЗАО "Крисмас+"
(питьевая и природная вода, почвенные вытяжки)**

Сокращения в таблице:

ВК — визуально-колориметрический; ТМ — титриметрический; ФМ — фотоколориметрический;
Э — экстракционный; ККО — комплект контрольного оборудования; ПКЛ — полевая комплектная лаборатория;
РПЛ — ранцевая полевая лаборатория; ТК — тест-комплект; ТКО — типовой комплект оборудования; УЛ — укладка-лаборатория.

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Алюминий	Al^{3+}	0–0,5–2,0–6,0 мг/л	10	ВК, с алюминомом	ГОСТ 18165 ПНД Ф 14.1:2:4.166-2000	ТК «Алюминий»; УЛ «УКВ»; ККО «БЖЭ»; набор «НХС-вода»
		0,05–1,0 мг/л	10	ФМ, с алюминомом (525 нм)	МВИ-06-151-11	
Аммоний	NH_4^+	0–0,2–0,7–2,0–3,0 мг/л	5	ВК, с реактивом Несслера	ГОСТ 4192-82 ПНД Ф 14.1:2:4.262-10	ТК «Аммоний»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «КПЭ»; УЛ «УКВ»
		0,2–4,0 мг/л	5	ФМ, с реактивом Несслера (430 нм)	МВИ-04-148-10	
Биохимическое потребление кислорода (БПК)	Органические вещества	0,5–300 мг/л	500 мл (3 склянки)	ТМ, по Винклеру, с аэрированием и инкубацией проб	ПНД Ф 14.1:2:3:4.123-97 ИСО 5815	ТК «РК-БПК»; РПЛ «НКВ-Р»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Гидразин	N_2H_4	0–0,05–0,3–1,0 мг/л	10	ВК, с <i>пара</i> -диметиламинобензальдегидом	—	ТК «Гидразин»; УЛ «УКВ»
		0,05–0,8 мг/л	10	ФМ, с <i>пара</i> -диметиламинобензальдегидом (430 нм)	МВИ-11-158-10	
Двуокись углерода в воде	CO_2 растворенный	100–6000 мг/л	10	ТМ, с соляной кислотой	ГОСТ 23268.2-91	ТК «Двуокись углерода в воде»
Железо	Сумма Fe^{2+} и Fe^{3+}	0–0,1–0,3–0,7–1,0–1,5 мг/л	10	ВК, с <i>орто</i> -фенантролином	ГОСТ 4011-72	ТК «Железо»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; УЛ «УКВ»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»; набор «НХС-вода»; ТКО «ЭОС»
		0,05–2,0 мг/л	10	ФМ, с <i>орто</i> -фенантролином (502 нм)	МВИ-01-190-09	
Кальций	Ca^{2+}	2–500 мг/л	10	ТМ, с трилоном Б	РД 52.24.403-93 ИСО 6058	ТК «Кальций»; ККО «КПЭ»; ПКЛ «НКВ»
Карбонаты, гидрокарбонаты, щелочность	HCO_3^- , CO_3^{2-} , OH^-	30–1200 мг/л	10	ТМ, с соляной кислотой, фенолфталеином	ГОСТ 52963-2008 ПНД Ф 14.1:2.245-07 РД 52.24.493-2008	ТК «Карбонаты, щелочность»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»

Продолжение табл. 1

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Кислород растворенный-БПК (РК-БПК)	Растворенный O ₂ , биохимическое потребление кислорода	1,0–15,0 мг/л	100–200	ТМ, по Винклеру	РД 52.24.419-95 РД 52.24.420-95	ТК «РК-БПК»; РПЛ «НКВ-Р»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»
Кислотность	Вещества, вступающие в реакцию с сильными щелочами	2–100 ммоль/л эквивалента	10	ТМ, с гидрооксидом натрия	—	ТК «Кислотность»
Кислотность почвы	рН	Качественно	2	ВК, с универсальным индикатором	—	ТК «Кислотность почвы»
Металлы	Сумма металлов (Cu, Zn, Pb)	0–0,1–0,3–0,5–1,0 мкмоль/л	25	ВК, Э с дитизином	—	ТК «Металлы»; ПКЛ «НКВ»; УЛ «УКВ»
Мутность/прозрачность	Мутность/прозрачность	60–1 см 0,6–30,2 мг/л по каолину 1–52 ЕМФ	300	По шрифту	ГОСТ 3351-74 ИСО 7027	ТК «Мутность/прозрачность»; ККО «КПЭ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; набор «НХС-вода»; УЛ «УКВ»

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Нефтепродукты	Масло и нефтепродукты	1–20 мг/л	200–250	Бумажно-хроматографический	—	ТК «Масло и нефтепродукты»; УЛ «УКВ»; ККО «БЖЭ»
Нитраты	NO_3^-	0–1,0–5,0–10–20–45 мг/л	6	ВК, с альфа-нафтиламином, сульфаниловой кислотой и восстановителем	—	ТК «Нитраты»; ПКЛ «НКВ»; ККО «КПЭ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; УЛ «УКВ»; ТКО «ЭОС»
Нитриты	NO_2^-	0–0,02–0,1–0,5–2,0 мг/л	5	ВК, с реактивом Грисса	—	ТК «Нитриты»; ПКЛ «НКВ»; ТКО «ЭОС»
		0,02–0,9 мг/л	5	ФМ, с реактивом Грисса (525 нм)	МВИ-10-149-10	
Общая жесткость	Сумма Ca^{2+} и Mg^{2+}	0,5–20 °Ж (ммоль/л эквивалента)	2,5–5–10	ТМ, капельное титрование, с трилоном Б	—	ТК «ОЖ-1»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «КПЭ»
		0,05–10 °Ж (ммоль/л эквивалента)	10–250	ТМ, объемное титрование, с трилоном Б	РД 52.24.395-2007 ИСО 6058	ТК «Общая жесткость»; ПКЛ «НКВ»; набор «НХС-вода»; ККО «БЖЭ»; УЛ «УКВ»
Окисляемость перманганатная	Органические соединения, легкоокисляемые	0,5–10 мгО/л	50	ТМ, метод Кубеля	ПНД Ф 14.1:2.4.154-99 ИСО 8467	ТК «Окисляемость перманганатная»; ККО «БЖЭ»; ТКО «ЭОС»

Продолжение табл. 1

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
рН (водородный показатель)	$-\lg [H^+]$	4,5–5,0–5,5–6,0–6,5–7,0–8,0–8,5–9,0–10,0–11,0 ед. рН	5	ВК, с универсальным индикатором	—	ТК «рН»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»; УЛ «УКВ»
ПАВ анионо-активные	Анионоактивные синтетические поверхностно-активные вещества	0–0,5–1,0–2,0–5,0 мг/л	10	ВК, с метиленовым голубым	—	ТК «ПАВ-А»; УЛ «УКВ»
		0,1–1,0 мг/л	10	ФМ, с метиленовым голубым (620 нм)	МВИ-08-152-11	
Сероводород	H_2S, HS^-, S^{2-}	5–200 мг/л	50	ТМ, с ацетатом кадмия	[4]	ТК «Сероводород»
Сульфаты	SO_4^{2-}	30–300 мг/л и более	2,5	ТМ, с хлоридом бария в присутствии ортанилового К	ПНД Ф 14.1:2.107-97 МВИ-15-142а-11	ТК «Сульфаты»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; УЛ «УКВ»; ККО «КПЭ»
Свинец	Pb^{2+}	0–0,1–1,0–5,0 мг/л	20	ВК, с реактивной бумагой, пропитанной ZnS	[13]	ТК «Свинец»; УЛ «УКВ»

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Фенолы (фенольный индекс)	Летучие фенолы (C ₆ H ₅ ОН и др.)	0–0,02–0,1–0,2–0,5 мг/л	250	ВК, с 4-аминоантипирином	—	ТК «Фенолы»; УЛ «УКВ»
		0,002–0,05 мг/л	250	ФМ, с 4-аминоантипирином (470 нм)	МВИ-12-163-10	
Формальдегид	CH ₂ O	0–0,05–0,2–0,5–2,0 мг/л	10	ВК, с фенилгидразином и гексацианоферратом(III) калия	—	ТК «Формальдегид»; УЛ «УКВ»
		0,03–0,4 мг/л	10	ФМ, с фенилгидразином и гексацианоферратом(III) калия (525 нм)	МВИ-09-164-10	
Фосфаты	Сумма PO ₄ ³⁻ , HPO ₄ ²⁻ , H ₂ PO ₄ ⁻ , H ₃ PO ₄	0–0,5–1,0–3,5–7,0 мг/л	10	ВК, с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой	—	ТК «Ортофосфаты»; РПЛ «НКВ-Р»; УК «УКВ»; ПКЛ «Фосфор»
		0,1–1,0 мг/л	10	ФМ, с молибдатом аммония и аскорбиновой кислотой (660 нм)	МВИ-05-240-10	
Фториды	F ⁻	0–0,2–0,7–2,0 мг/л	2,5	ВК, с лантан(III)ализаринкомплексом	—	ТК «Фториды»; ПКЛ «НКВ»; УЛ «УКВ»
		0,02–0,4 мг/л	2,5	ФМ, с лантан(III)ализаринкомплексом (620 нм)	ГОСТ 4386-89 МВИ-14-155-11	

Окончание табл. 1

Показатель	Опред. компоненты	Опред. концентрации	Объем пробы, мл	Методы	НТД	Наименование изделий
Хлор активный	Активный хлор в свободной и связанной формах (Cl ₂ , гипохлориты, хлорамин и т.п.)	0,3–0,5 мг/л 0,5–5,0 мг/л	250 50	ТМ, иодометрический с иодидом калия	ГОСТ 18190 ПНД Ф 14.1:2.113-97	ТК «Активный хлор»; набор «НХС-вода»; ККО «БЖЭ»; ТКО «ЭОС»; УЛ «УКВ»
Хлориды	Cl ⁻	4–1200 мг/л	1–250	ТМ, с нитратом серебра	МВИ-02-144-09	ТК «Хлориды»; ПКЛ «НКВ»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»; УЛ «УКВ»
Цветность	Цветность	0–30–100– 300–1000 град. цветности	12	ВК, пленочная хром-кобальтовая шкала	ГОСТ Р 527-69-2007	ТК «Цветность»; РПЛ «НКВ-Р», «НКВ-Рм»; ККО «БЖЭ», «КПЭ»; УЛ «УКВ»
		0-10-20-30- 40-60-100- 300-500 град. цветности	12	ВК, хром-кобальтовая шкала (модельные эталонные растворы)		
		20–200 град. цветности	5	ФМ, хром-кобальтовая шкала (400 нм)	МВИ-10-157-10	

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.2. Полевая комплектная лаборатория «НКВ»

2.2.1. Общие сведения, назначение и области применения

Полевая комплектная лаборатория «НКВ» (далее — лаборатория «НКВ») является оригинальным изделием, производимым ЗАО «Крисмас+» по ТУ 4321-100-82182574-08 и защищенным патентом РФ № 96342.

Лаборатория «НКВ» предназначена для определения показателей качества воды и состава водных вытяжек в полевых и лабораторных условиях. «НКВ» позволяет выполнять анализ вод, общая минерализация которых не превышает 3 г/л.

Общий вид изделия приведен на рис. 1.



Рис. 1. Общий вид полевой лаборатории «НКВ»:

а — в закрытом состоянии;

б — в открытом состоянии.

Благодаря простоте и удобству работы, а также полноте и наглядности изложения процедур анализа в руководстве, лаборатории «НКВ» успешно применяются в различных областях деятельности.

2.2.2. Состав, модификации, характеристики

Состав полевых комплектных лабораторий «НКВ»

- Готовые к применению аналитические реактивы и растворы: индикаторы, реагенты, буферные смеси, соли, капсулированные химикаты (на 100 ана-

2.2. Полевая комплектная лаборатория «НКВ»

лизов, дефицитные реактивы — на 1000 анализов, для приготовления растворов потребителем).

- Средства дозирования реагентов и растворов: колбы мерные, мерные склянки, пипетки мерные и капельные, цилиндр мерный, шприц-дозатор.
- Материалы: бумага индикаторная и фильтровальная.
- Посуда: воронки фильтровальная и делительная, колбы конические, палочка стеклянная, пробирки колориметрические и мутномерные, стаканчик для выпаривания.
- Принадлежности: термометр, линейка, ножницы, стойка-штатив, трубка гибкая, шпатель.
- Средства защиты: защитные перчатки и очки.
- Контрольные шкалы образцов окраски для визуального колориметрирования, водозащищенные.
- Контейнеры либо ранцевые укладки для хранения и переноски.
- Документация: руководство по эксплуатации, паспорт, описание комплектности, сертификаты.

В состав лабораторий «НКВ» дополнительно могут включаться полевой колориметр-концентратометр «Экотест-2020» в наборе-укладке для фотоколориметрирования, кондуктометр DIST-2.

Перечень анализируемых параметров и характеристики лаборатории «НКВ» при анализе для выпускаемых модификаций приведены в табл. 2.

Объем пробы для анализа — от 1 до 25 мл.

Продолжительность анализа по каждому показателю — не более 20 мин., производительность — не менее 100 анализов по каждому из определяемых показателей.

Срок годности лаборатории «НКВ» — 1 год при соблюдении условий и сроков хранения растворов и реактивов.

Для замены израсходованных химических реактивов и растворов из состава лаборатории поставляется комплект пополнения к лаборатории «НКВ», в расчете на 100 анализов. Комплект пополнения уложен в отдельный ящик и поставляется по отдельному заказу (в основной комплект поставки не входит). Масса комплекта пополнения — не более 5 кг.

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

Таблица 2

Характеристики лаборатории «НКВ» по определяемым компонентам

Сокращения в таблице:

ВК — визуально-колориметрический; ТМ — титриметрический;
ФК — фотоколориметрический (с полевым фотоколориметром)

Наименование; № заказа	Наименование определяемого показателя	Диапазон определяемых концентраций	Метод определения	Длина волны (для ФК)
«НКВ» (базовый вариант); 3.100	Аммоний (NH_4^+)	0–0,2–0,7–2,0–3,0 мг/л 0,2–4,0 мг/л	ВК ФК	— 430 нм
	Водородный показатель (рН)	4,5–5,0–5,5–6,0–6,5–7,0– 8,0–8,5–9,0–10,0–11,0 ед. рН	ВК	—
	Гидрокарбонат (HCO_3^-)	30–1200 мг/л	ТМ	—
	Железо общее (сумма катионов Fe^{2+} и Fe^{3+})	0–0,1–0,3–0,7–1,0–1,5 мг/л 0,05–2,0 мг/л	ВК ФК	— 505 нм
	Кальций (Ca^{2+})	2–500 мг/л	ТМ	—
	Карбонат (CO_3^{2-})	30–1200 мг/л	ТМ	—
	Карбонатная жесткость (сумма ионов CO_3^{2-} и HCO_3^-)	2–2500 мг/л	Расчетный	10,0
«НКВ» (с фотоколориметром); 3.100.1	Магний (Mg^{2+})	—	Расчетный	—
	Натрий (Na^+)	—	Расчетный	—
	Нитрат (NO_3^-)	0–1,0–5,0–10–20–45 мг/л	ВК	—
	Нитрит (NO_2^-)	0–0,02–0,1–0,5–2,0 мг/л 0,02–0,6 мг/л	— ФК	— 525
	Общая жесткость (сумма эквивалентов катионов Ca^{2+} и Mg^{2+})	0,5–25 ммоль/л эквивалента	ТМ	—
	Сумма тяжелых металлов (ΣMe)	0–0,1–0,3–0,5–1,0 мкмоль/л	ВК	—
	Сухой остаток	—	Расчетный	—
	Сульфат (SO_4^{2-})	30–300 мг/л	ТМ	—

2.2. Полевая комплектная лаборатория «НКВ»

Окончание табл. 2

Наименование; № заказа	Наименование определяемого показателя	Диапазон определяемых концентраций	Метод определения	Длина волны (для ФК)
	Фторид (F^-)	0–0,2–0,7–2,0 мг/л	ВК	—
	Хлорид (Cl^-)	10–1200 мг/л	ТМ	—
«НКВ-2» (модульная); 3.110. «НКВ-2» (модульная с фотокolorиметром); 3.110.1	См. «НКВ»	См. «НКВ»	См. «НКВ»	См. «НКВ»
	Растворенный кислород, БПК	1,0–15 мгО/л	ТМ (метод Винклера)	—
	Фосфор в различных формах (по PO_4^{3-})	0–0,5–1,0–3,5–7,0 мг/л 0,1–3,5 мг/л	ВК ФМ	— 660 нм
«НКВ-Р», «НКВ-Р/м» (ранцевые модификации); 3.130, 3.130.1	Ранцевая укладка поставляется в двух вариантах: большом ранце («НКВ-Р») и малом ранце («НКВ-Рм»). Подробнее о ранцевых модификациях «НКВ» см. в п. 2.2.3.			

Примечания. 1. Диапазон измеряемых концентраций приведен без учета возможного разбавления или упаривания пробы.
2. Соответствующие показатели определяются также в почвенных вытяжках (водной, солевой).

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.2.3. Комплектность и укладка

Комплектующие лабораторию «НКВ» склянки с реактивами и растворами, посуда, оборудование и другие средства оснащения уложены в 2 ящика, имеющие жесткие корпуса и оборудованные замками–застежками и ручками для переноски (см. рис. 1).

Ящик № 1 содержит посуду, оборудование, принадлежности и реактивы-стандарты. Штатив-стойка устанавливается в рабочем положении вертикально в петлю нижней части корпуса открытого ящика для размещения пипетки, соединенной со шприцем гибкой трубкой, которая используется для дозированного заполнения пипеток растворами и титрования.

Ящик № 2 содержит необходимые для анализов растворы и реактивы, а также документацию. Растворы и реактивы размещены на верхней (съемной) и нижней полках в двух отделениях.

Для удобства работы в прилагаемом паспорте на лабораторию «НКВ» указано местоположение всех комплектующих элементов и их полный перечень. Размещение комплектующих элементов может изменяться в зависимости от используемых укладочных контейнеров.

2.2.4. Правила хранения, приемки, применения

При выпуске из производства лаборатории «НКВ» подлежат внутрिलाбораторному контролю и технической приемке. Прошедшие внутрिलाбораторный контроль и приемку изделия заверяются печатью производителя (ЗАО «Крисмас+»). Потребителю изделия поступают в опечатанном виде.

Лабораторию следует хранить в жестком корпусе-укладке в прохладном месте, недоступном для неспециалистов. При длительных перерывах в работе с лабораторией следует периодически проверять условия хранения и герметичность упаковки склянок с растворами, растворителями и реактивами.

Лаборатория применяется согласно правилам, условиям и методикам, описанным в настоящем руководстве (раздел 6). При использовании лаборатории «НКВ», включающей дополнительные модули («НКВ-2», тест-комплекты), при анализе следует руководствоваться прилагаемой к модулям инструкцией.

2.3. Тест-комплекты

2.3.1. Общая характеристика и назначение

Тест-комплект — портативная укладка для выполнения количественного или полуколичественного химического экспресс-анализа (воды, почвенной вытяжки) на содержание одного вещества (группы однородных веществ) в полевых, лабораторных или производственных условиях. Представляет собой компактно уложенную подборку готовых расходных материалов на 100 анализов, принадлежностей, оборудования и документации. Отличается компактностью, удобством и простотой в использовании.

Тест-комплекты позволяют выполнять химический анализ, как правило, с использованием унифицированных типовых или модифицированных (упрощенных) методик на основе стандартных методов, а также тест-методов.

Тест-комплекты используются как самостоятельно, так и в составе различных упаковок — ранцевых лабораторий («НКВ-Р», «НКВ-Р/м», «РПЛ-почва»), упаковке полевого химического контроля «УКВ», наборе химических средств «НХС-вода» и др. (см. п. 2.1).

Общий вид различных тест-комплектов и некоторых упаковок на их основе приведен на рис. 2.



Рис. 2. Тест-комплекты:

а — тест-комплекты различного типа;

б — тест-комплекты в ранцевой полевой лаборатории «НКВ-Р/м»;

в — тест-комплекты в упаковке полевого химического контроля «УКВ» (ранцевая часть).

2. ХАРАКТЕРИСТИКА ПРИМЕНЯЕМОГО ОБОРУДОВАНИЯ

2.3.2. Технические данные и методы анализа

О методах анализа с применением тест-комплектов см. п. 2.1, табл. 1.

В состав тест-комплектов входят: растворы реагентов и индикаторов, буферные растворы, капсулированные или таблетированные химикаты, мерные склянки для отбора и дозирования проб (от 2,5 до 100 мл), пипетки-капельницы, мерные пипетки и другие средства дозирования растворов, принадлежности, паспорт с описанием методики контроля и укладочная коробка либо контейнер.

Тест-комплекты содержат расходные материалы, как правило, на 100 анализов.

Наименования тест-комплектов с номерами заказа приведены в табл. 3.

Таблица 3

Наименования тест-комплектов с номерами заказа

Наименование	Номер заказа	Наименование	Номер заказа
Алюминий	6.151	Общая жесткость ОЖ-1 (капельное титрование)	6.180
Аммоний	6.148	Общая жесткость (объемное титрование)	6.183
Гидразин	6.158	Окисляемость перманганатная	6.146
Двуокись углерода в воде	6.171	Ортофосфаты	6.240
Железо	6.190	рН (водородный показатель)	6.160
Кальций	6.147	рН-КВ	6.160.2
Карбонаты, щелочность	6.170	ПАВ-А	6.152
Кислород растворенный-БПК (РК-БПК)	6.081	Сероводород	6.168
Кислотность	6.176	Сульфаты	6.142а
Кислотность почвы	6.161	Фенолы	6.163
Масло и нефтепродукты	6.150	Формальдегид	6.164
Металлы	6.162	Фториды	6.155
Мутность/прозрачность	6.153	Хлор активный	6.143
Нитраты	6.145	Хлориды	6.144
Нитриты	6.149	Цветность	6.157

Примечание. Полный перечень тест-комплектов запрашивайте у производителя (ЗАО «Крисмас+»)

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

3.1. Общие сведения о применении портативных комплектов для химического анализа

Перед тем как приступить к анализу воды химическими методами, необходимо познакомиться с требованиями к выполнению анализов и практически освоить основные аналитические операции. Для этого обычно в лабораторных условиях проводится обучение приемам работы и правилам техники безопасности (см. главу 4 «Меры безопасности при выполнении анализов»). При обучении используются растворы реактивов-стандартов, имеющих в своем составе определяемый компонент (катион, анион, функциональные группы) с точно известным значением концентрации целевого компонента. Хорошим объектом для обучения является продающаяся в магазинах минеральная вода с известным химическим составом, данные о котором приводятся, как правило, на этикетке бутылки. Обучение при определении отдельных компонентов проводится под руководством специалиста-аналитика или преподавателя.

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

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

При транспортировке оборудование для анализа, склянки с реактивами и растворами и принадлежности следует располагать в укладочных ящиках на предусмотренных для них местах. Это позволит обеспечить надежную доставку комплектов для полевых анализов к месту работы, исключить бой посуды и попадание внутрь контейнеров пыли и других загрязнений.

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

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Для многих показателей следует учитывать правила отбора и консервации проб (приведены в разделе 5).

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

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

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

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

3.2. Рабочие условия при анализе

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

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

Примечание. При фотометрическом анализе проб ограничения могут быть связаны с рабочими условиями использования фотоэлектроколориметра.

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

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

Концентрация образующегося при химико-аналитической реакции вещества, как правило, связана с концентрациями других участвующих в реакции или образующихся в растворе веществ. При разработке аналитических рецептов для оборудования ЗАО «Крисмас+» (подборе состава аналитических растворов) устанавливается оптимальный концентрационный диапазон реагентов. Это означает относительно стабильный выход химико-аналитической реакции при небольших изменениях внешних условий (температуры в пределах вышеуказанных значений), а также неточностей в концентрации реагентов и дозировке объемов.

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

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

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

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

3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах

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

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

За единицу *количества вещества* $n(X)$ принят *моль*. Масса одного моля вещества называется *молярной массой* вещества. Последняя обозначается буквой M и измеряется в граммах на моль. Например, $M(\text{Cu}) = 63,54$ г/моль, $M(\text{H}_2\text{SO}_4) = 98,08$ г/моль.

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

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

3.3. О способах выражения концентраций веществ в растворах

- для кислот $z(X)$ равно числу катионов водорода, способных замещаться катионами металлов. Например, $z(\text{HCl}) = 1$; $z(\text{H}_2\text{SO}_4) = 2$;
- для гидроксидов $z(X)$ равно числу гидроксигрупп OH^- .
Например, $z(\text{NaOH}) = 1$; $z[\text{Al}(\text{OH})_3] = 3$;
- для солей $z(X)$ равно числу катионов водорода кислоты, замещенных катионами металла или аммония.
Например, $z(\text{NaCl}) = 1$; $z[\text{Fe}_2(\text{SO}_4)_3] = 6$.

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

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

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

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

$$c = \frac{n}{V}.$$

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

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

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

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

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

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

Молярная концентрация эквивалента $c[(1/z)X]$ (ранее данная величина называлась нормальностью) есть произведение молярной концентрации $c(X)$ на число эквивалентности z данного вещества, т.е. $c[(1/z)X] = c(X) \times z$. Молярная

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

концентрация эквивалента показывает количество вещества эквивалентов (КВЭ), содержащееся в 1 л раствора.

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

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

Пример. Приготовление 50 мл раствора сульфата алюминия с молярной концентрацией эквивалента 1 моль/л (т.е. $c[(1/z)Al_2(SO_4)_3] = 1$ моль/л эквивалента).

Для сульфата алюминия число эквивалентности $z[Al_2(SO_4)_3]$ равно 6.

$c[Al_2(SO_4)_3] = 1/6 = 0,167$ моль/л.

$M[Al_2(SO_4)_3] = 342$ г/моль ($27 \times 2 + 32 \times 3 + 16 \times 12 = 342$); следовательно,

$m[Al_2(SO_4)_3] = 342 \times 0,167 = 57$ г.

Составляем пропорцию: 57 г $Al_2(SO_4)_3$ должно содержаться в 1000 мл раствора, x г — в 50 мл раствора:

$$x = \frac{57 \times 50}{1000} = 2,85 \text{ г}$$

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

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

$$\omega = \frac{m_e}{m_e + m_p} 100$$

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

Пример. Приготовление 50 г раствора соли с массовой долей 5% (5%-го раствора).

В 100 г раствора содержится 5 г соли, в 50 г раствора содержится — x г соли.

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

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

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

Мольная доля (N) — отношение числа молей данного компонента (n_1) к сумме молей данного компонента и всех других компонентов раствора (растворителя и других растворенных веществ (n_2)):

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

Аналогично определяется **объемная доля**.

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

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

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

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

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

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

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

3.4.1. Органолептические методы

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

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

3.4.2. Титриметрические методы

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



При выполнении анализа титриметрическим методом (карбонат, гидрокарбонат, хлорид, кальций, общая жесткость и др.) определение проводят в склянках или пробирках вместимостью 15–20 мл, имеющих метки (5 мл, 10 мл, 20 мл). В процессе титрования раствор перемешивают стеклянной палочкой либо встряхиванием.

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

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

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



Для удобства работы с пробирками их устанавливают в штативе.

Требуемые объемы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, мерных пипеток или более простых дозирующих устройств — шприцев, калиброванных капельниц и др. (рис. 3). Наиболее удобны для титрования бюретки с краном.

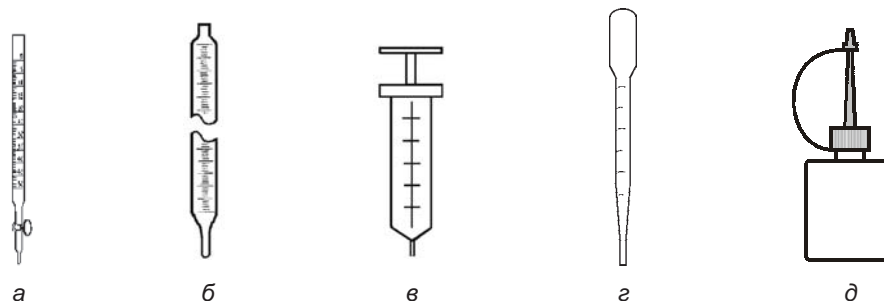


Рис. 3. Средства дозировки растворов:

а — бюретка с краном; б — мерная пипетка; в — шприц-дозатор;
г — пипетка-капельница простая полимерная; д — капельница-флакон.

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют с резиновой грушей, используя соединительную резиновую трубку. **Запрещается заполнение пипеток растворами путем их всасывания ртом!** Еще удобнее работать с мерными пипетками, устанавливая их в штативе вместе с медицинским шприцем, герметично соединенным с пипеткой гибкой трубкой (резиновой, силиконовой и т.п.) (рис. 4).

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

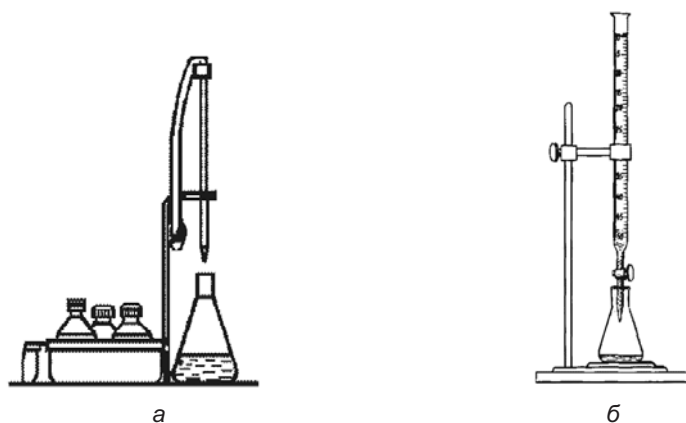
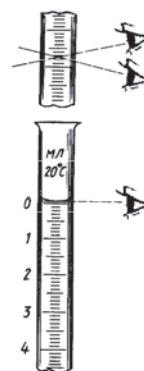


Рис. 4. Установки для титрования в штативах:
а — мерная пипетка; б — бюретка с краном.

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



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

3.4.3. Колориметрические методы

Колориметрическим (от английского *colour* — цвет) называется метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного изменения потоков видимого света при их прохождении через исследуемый раствор и раствор сравнения. Определяемый компонент при помощи химико-аналитической реакции переводится в окрашенное соединение, после чего измеряется интенсивность окраски полученного раствора. При измерении интенсивности окраски проб с помощью прибора фотоколориметра метод называется *фотоколориметрическим*. Соответственно, при измерении интенсивности окраски визуальным способом (например, оценивая интенсивность окраски сравнительно с каким-либо образцом) метод называется *визуально-колориметрическим*.

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

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

где A — оптическая плотность раствора;

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

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

C — концентрация окрашенного вещества в растворе;

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

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

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

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

При визуальном колориметрировании результат анализа получают путем сравнения окраски пробы с цветовой контрольной шкалой. Приведенные на цветовой контрольной шкале образцы воспроизводят цвет и интенсивность окраски для значений концентрации компонента в пробе, которые приписаны к данному образцу. Контрольные шкалы, применяемые в комплектах производства ЗАО «Крисмас+», выполнены в водозащищенном (ламинированном) исполнении.

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

Результат анализа представляют в виде:

« _____ мг/л».
значение концентрации по шкале



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

«от _____ до _____ мг/л».

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

«более _____ мг/л».
значение максимальной концентрации по шкале

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

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

3.4.4. О выполнении анализа с фотоколориметрированием проб

Методы визуальной колориметрии, в отличие от титриметрических методов, специалисты всегда относили к сигнальным методам, в лучшем случае — к полуколичественным. Однако окрашенные пробы, полученные при выполнении анализов, можно колориметрировать также с помощью фотоэлектроколориметров — как полевых, так и лабораторных. Унифицированные технологии анализа ЗАО «Крисмас+» с применением полевых лабораторий и тест-комплектов позволяют проводить определения с использованием выпускаемых в России и за рубежом промышленных фотоэлектроколориметров (рис. 5) и спектрофотометров.



Рис. 5. Фотоэлектроколориметры:

а — лабораторный фотометр марки КФК-3; б — универсальный фотоколориметр марки «Экотест-2020»; в — универсальный фотометр марки «Эксперт-003»; г — набор-укладка для полевого фотоколориметрирования «Экотест-2020-К».

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Выпускаемые отечественной промышленностью современные портативные полевые фотоколориметры (рис. 5 б, в) являются универсальными, т.к. имеют автономное питание, пригодны для работы в полевых и лабораторных условиях, имеют оригинальное программное обеспечение и позволяют выводить данные на персональный компьютер. Для выполнения анализов в экспедиционных условиях ЗАО «Крисмас+» поставляет набор-укладку для фотоколориметрирования «Экотест-2020–К» (рис. 5 з, приложение 3). В наборе кроме фотоколориметра, работающего в режиме концентратомера, имеются принадлежности — склянки для хранения и транспортировки проб, кюветы, набор светодиодов в широком диапазоне длин волн видимого света и сборник фотоколориметрических МВИ. При анализах проб в экспедиционных условиях портативные колориметры удобно использовать в комплекте с ноутбуком.

При использовании для колориметрирования проб фотоколориметров оптическую плотность растворов-проб измеряют, как правило в кюветах с длиной оптического пути 10 мм из комплекта фотоколориметра. Приборное колориметрирование позволяет существенно повысить точность анализа, однако требует значительно большей тщательности в работе и квалификации.

Необходимым этапом фотоколориметрического анализа является построение градуировочной характеристики, которая должна быть выполнена заблаговременно в соответствии с используемой МВИ. В зависимости от типа используемого фотоколориметра, в результате фотоколориметрирования может определяться концентрация анализируемого вещества или оптическая плотность проб. Концентрация анализируемого вещества выводится автоматически на дисплей фотоколориметра непосредственно при фотоколориметрировании при условии, что колориметр поставляется запрограммированным на автоматический расчет значений концентрации при анализе, т.е. в него уже введены параметры градуировочной характеристики. В этом случае прибор работает в режиме концентратомера.

К приборам, способным работать в режиме концентратомера, относятся фотоколориметр «Экотест-2020», фотометр «Эксперт-003» и т.п. Соответствующие технические данные и особенности применения фотоколориметров приводятся в документации на них.

Однако не все фотоколориметры могут работать в режиме концентратомера. Не могут работать в таком режиме приборы указанных марок, если в программу колориметра не введены параметры градуировочной характеристики по МВИ (не произведено программирование на автоматический расчет значений концентрации при анализе). Для таких приборов определение концентрации компонента проводится в режиме подключения прибора к персональному компьютеру или при считывании каждого полученного значения оптической плотности. В данном случае значение концентрации определяется по графической градуировочной характеристике, построенной потребителем заблаговременно по алгоритму,

3.4. Особенности применяемых методов и выполняемых операций

приведенному в МВИ. Аналогично следует действовать потребителю при использовании работоспособных фотоколориметров устаревших моделей.

При проведении фотоколориметрирования пробы в ходе анализа предусматривается выполнение всех операций с использованием комплектующих и реактивов, имеющихся в составе соответствующего тест-комплекта (указаны в разделе 6 при описании процедур анализа каждого компонента).

Полный перечень оборудования, используемого при фотоколориметрическом определении, приведен в соответствующей методике выполнения измерений. В общем случае кроме средств комплектации из состава тест-комплекта при фотоколориметрическом определении используется фотоколориметр с набором кювет (10 мм), а также следующее оборудование для построения градуировочной характеристики (если прибор градуируется потребителем): набор мерной посуды — пипетки градуированные (1–10 мл), колбы мерные (50 мл, 100 мл, 1000 мл), стандартный образец состава для соответствующего компонента, вода дистиллированная.

При этом измеряют значения оптической плотности растворов, приготовляемых согласно методике выполнения измерений конкретного показателя. Значения основных параметров некоторых фотоколориметрических МВИ приведены в табл. 4 и в тексте описания процедур соответствующего определения.

Таблица 4

Сведения по параметрам некоторых фотоколориметрических МВИ при анализе с применением портативных комплектов ЗАО «Крисмас+»*

Определяемый компонент	МВИ	Диапазон изменений, мг/л	Длина волны светодиода, нм
Алюминий	МВИ-06-151-11	0,05–1,0	525
Аммоний	МВИ-04-148-10	0,2–4,0	430
Гидразин	МВИ-11-158-10	0,05–0,8	430
Железо общее	МВИ-01-190-09	0,05–2,0	502
Нитриты	МВИ-07-149-11	0,02–0,6	525
ПАВ-А	МВИ-08-152-11	0,1–1,0	620
Формальдегид	МВИ-09-164-10	0,03–0,4	525
Фториды	МВИ-14-155-11	0,02–0,4	620
Фосфаты (по PO_4^{3-})	МВИ 05-240-10	0,1–1,0	660
Фенолы	МВИ-12-163-11	0,002–0,05	470
Цветность	МВИ-10-157-11	20–200 град. цветности	400

* Данные приведены применительно к фотоколориметру типа «Экотест-2020».

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Пример градуировочной характеристики, построенной для МВИ концентраций железа общего в воде на основе тест-комплекта «Железо общее», приведен на рис. 6. Данное изображение, вид которого характерен и для других компонентов, получено в интерфейсе программы управления данными фотоколориметра «Экотест-2020» при его подключении к персональному компьютеру в режиме концентратомера.

Концентрация железа общего 0,05–2,0 мг/л

$$R^2 = 0,99989; A = 0,1447 \times C - 0,001$$

Примечание: R^2 — квадрат коэффициента корреляции для текущих данных градуировки, A — оптическая плотность раствора, C — концентрация раствора

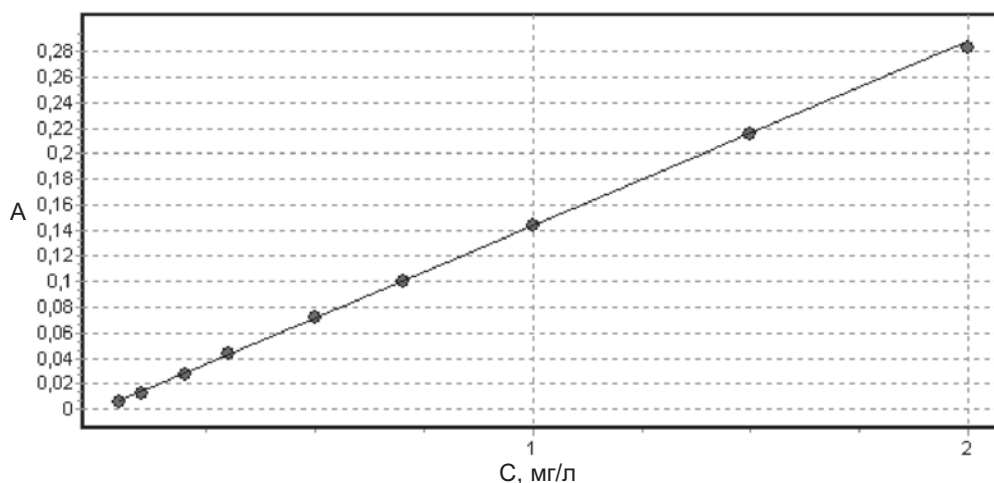


Рис. 6. Градуировочная характеристика, полученная для МВИ концентраций железа общего на основе тест-комплекта «Железо общее»

Из рис. 6 видно, что градуировочная характеристика практически линейна в диапазоне концентраций до 2,0 мг/л и подчиняется известному уравнению типа $y = ax + b$, причем систематическая составляющая b достаточно мала.

Возможность визуализации градуировочной характеристики, обеспечиваемая при измерениях концентраций веществ в воде применением фотоколориметра «Экотест-2020» и других современных приборов, позволяет выявлять грубые ошибки и является удобной для оператора.

3.4.5. Об анализе почвенных вытяжек

Определение показателей состояния почвы посредством анализа почвенных вытяжек включает, в общем случае, три основных этапа:

- 1) отбор почвенных образцов и подготовка проб почвы;
- 2) приготовление почвенной вытяжки;
- 3) химический анализ почвенной вытяжки с выражением результата анализа.

Подробно технология анализа почвенных проб унифицированными методами приведена в специализированном руководстве [7]. Учитывая, что технология анализа почвенных вытяжек не отличается от того же для воды, ниже мы остановимся на особенностях методики работы с почвенными пробами, которые отличаются от процедур при анализе воды.

Информация об отборе почвенных образцов и подготовке проб почвы, а также о приготовлении почвенной вытяжки в сжатом виде приведена в главе 5 (п. 5.4).

Рассматривая выражение результата анализа почвенной вытяжки, необходимо иметь в виду следующее. В соответствии с ГОСТ 17.4.1.03-84, содержание загрязняющего почву химического вещества выражается его массовой долей, которая определяется как отношение массы загрязняющего почву химического вещества к общей массе воздушно-сухой и (или) абсолютно сухой пробы почвы. При этом термин *концентрация*, применимый для характеристики количественного содержания химических веществ в воде, воздухе и других средах, к почве не применяется.

Содержание в почве компонента, который может быть определен описываемыми унифицированными методами, выражают в виде массовой доли, т.е. количеством миллиграммов вещества в 1 кг почвы (или мг/кг, что равнозначно применяемому за рубежом количеству частей на миллион — ppm, parts per million). Важно, что почва должна быть сухой, чтобы остаточное количество влаги не привело к занижению значения содержания целевого компонента.

В тех случаях, когда определяют содержание ионов — катионов или анионов — результаты анализа выражают в мг-моль/100 г почвы. Такой способ выражения результатов анализа позволяет, например, оценить долю, которую составляет тот или иной катион от суммы обменных катионов, позволяет оценить роль отдельных катионов и анионов в составе легкорастворимых солей в почвах и расчетным путем установить их состав.

Например, при анализе водных вытяжек из почв было установлено, что содержание хлорид-ионов в почве равно 0,141%, а содержание натрия равно 0,092%. Если результаты анализа выразить в мг-моль/100 г почвы, то станет очевидным,

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

что, несмотря на разные значения процентного содержания, количества Cl^- и Na^+ в составе легкорастворимых солей почвы эквивалентны:

для Cl^- $0,141 \times 1000 : 35,5 = 4,00$ мг-моль/100 г почвы,

для Na^+ $0,0920 \times 1000 : 22,99 = 4,00$ мг-моль/100 г почвы.

Следует иметь в виду, что при химическом анализе почвенной вытяжки результат определения массовой концентрации в вытяжке выражается обычно в миллиграммах анализируемого компонента в 1 л вытяжки (мг/л). Для перехода к выражению содержания данного компонента в почве в массовой доле следует полученное значение концентрации компонента в вытяжке:

1) умножить на коэффициент, учитывающий отношение массы раствора к массе образца почвы при изготовлении вытяжки, переводя тем самым значение в массовую долю в единицах мг/кг сухой почвы;

2) при необходимости далее перевести результат в массовые проценты, для чего умножить полученное значение в мг/кг на коэффициент 10^{-4} , получив результат в процентах или в граммах на 100 г почвы.

Пример. Результат определения концентрации сульфат-иона в водной вытяжке, полученной в массовом соотношении 5:1 (вода — сухая почва), составил $C_B = 25$ мг/л. Соответствующее значение содержания сульфат-иона в сухой почве (C_{II}) составляет:
 $C_{II} = 25 \times 5 = 125$ мг/кг, или $25 \times 5 \times 10^{-4} = 0,0125\%$.

3.5. Неопределенности и погрешности измерений

При измерении концентрации химического соединения в воде даже самыми точными методами всегда остается некоторое сомнение относительно достоверности результата, т.к. измерение — сложная процедура, состоящая из более простых операций, каждая из которых выполняется определенными средствами. В частности, для получения результата анализа иногда необходимо выполнить несколько измерений объемов растворов, навески реактива, интенсивности окраски раствора и т.п. Поэтому под термином «результат измерения» подразумевается *результат определения содержания компонента, или результат всей процедуры анализа**.

* В аналитической практике часто используют термин «наблюдение», понимая под ним единичное определение, а результатом анализа, или результатом измерения, считают среднее арифметическое нескольких (не менее двух) определений, выполненных в одних и тех же условиях. Аналогичный подход рекомендуется в действующей нормативной документации и в настоящем руководстве (см. далее п.3.6).

3.5. Неопределенности и погрешности измерений

В то же время следует иметь в виду, что характер измерения может иметь (и часто имеет) каждая выполняемая при анализе воды операция, при этом выполняющий операции и анализ субъект будет для нас *оператором*.

Таким образом, результату присуща *неопределенность*, степень (или значение) которой, тем не менее, могут быть оценены и по величине, и по знаку. Выполняя измерение тем или иным методом, оператор должен иметь, по меньшей мере, представление о том, что в значении ожидаемого результата имеется некая неопределенность. Неопределенность результата сводится к минимуму при соблюдении принципов и правил единства и точности измерений.

В аналитической практике говорят о *погрешностях* при измерениях, понимая под этим все возможные неточности, которые могут повлиять на правильность результатов. Погрешность измерения можно определить как разность между отдельным результатом и истинным значением измеряемой величины*. Погрешности (иногда их же называют ошибками, что не совсем правильно) подразделяют на грубые, систематические и случайные.

Грубые, систематические и случайные погрешности. *Грубые погрешности* (их называют также промахами) обычно возникают вследствие ошибок оператора или неправильной работы оборудования — ошибочной перестановки цифр при записи данных, ошибки считывания показаний весов или пипетки, ошибочного использования неисправного или негодного оборудования (например, пробирки со стертой меткой) и т.п. Грубые погрешности не всегда бывают очевидными; они могут даже повторяться при дублирующих определениях, т.к. оператор, имея характерный стиль работы, может снова совершить ту же ошибку. Любое значительное расхождение результатов нескольких измерений дает основание подозревать грубые погрешности и проверить действия выполняющего анализ или правильность работы оборудования. Лучший способ убедиться в отсутствии грубых погрешностей — повторить определение другим оператором. Грубые погрешности при оценке величины суммарной погрешности результата измерения не учитываются, т.к. соответствующие результаты измерений отбрасывают (отбраковывают).

Если грубые погрешности делают измерение недостоверным, то систематические и случайные погрешности снижают достоверность измерения.

Систематические погрешности могут быть частично, в большей или меньшей степени, компенсированы путем введения поправок в результаты измерений. Например, если деление 9,0 мл при градуировке пипетки соответствует фактическому объему 9,1 мл, то это может быть учтено введением соответствующей

* Термин «истинное значение» отражает идеализированное понятие, т.к. концентрация химического вещества в растворе принципиально имеет реальное конечное значение, однако измеряться это значение может с помощью конкретных методик, каждая из которых имеет свои погрешности.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

поправки (+0,1 мл). Систематические погрешности принято суммировать, причем суммированию подлежат частные систематические погрешности (отклонения), взятые с одним и тем же знаком.

Случайные погрешности имеют более сложное происхождение и могут иметь в каждом определении различные значения по величине и по знаку, т.е. по характеру отклонения от истинного значения. Они появляются обычно вследствие непредсказуемых явлений, которые могут и не возникнуть при повторных измерениях. Случайные погрешности нельзя компенсировать посредством введения поправок, но их можно уменьшить путем увеличения числа определений. Примером таких погрешностей могут быть погрешности при считывании оператором показаний с мерной посуды, при неправильном учете внешних влияющих условий (в первую очередь температуры); может иметь место неодинаковое загрязнение пробы при отборе и т.п. Случайные погрешности имеют место при работе любого оператора, однако они могут достигать значительных величин при неаккуратной работе — использовании не вполне чистой посуды, недостаточно полном количественном переносе пробы в другой сосуд и т.п. Случайные погрешности (обозначаются буквой греческого алфавита ϵ – *эпсилон*) рассчитываются методами математической статистики и являются функцией от числа определений, вида распределения результатов определений, доверительной вероятности нахождения результата измерения и др.

Абсолютные и относительные погрешности. Отклонение полученного результата от истинного можно выразить в абсолютных и относительных единицах. Соответственно различают абсолютную и относительную погрешность.

Абсолютной называется погрешность, измеряемая в единицах определяемой величины и рассчитываемая как разность между истинным значением и полученным в данном определении.

Относительной называется погрешность, измеряемая в относительных единицах (т.е. в %), и рассчитываемая как отношение абсолютной погрешности к результату анализа — условно истинному содержанию компонента. При этом в качестве истинного значения можно принимать усредненный результат нескольких определений. Например, в трех последовательных определениях содержания хлорид-аниона в воде артезианской скважины получены результаты: 235 мг/л, 410 мг/л и 220 мг/л. Второй результат, значительно отклоняющийся от двух других, в расчетах не учитываем, т.к. он, скорее всего, является промахом (грубой погрешностью) оператора. Рассчитывая по двум оставшимся результатам среднее арифметическое массовой концентрации хлорид-аниона, считаем его результатом анализа:

$$\frac{235 + 220}{2} = 227,5 = 228 \text{ г/л}$$

3.6. Точность анализа и факторы, ее определяющие

Абсолютная погрешность первого из результатов:

$$235 - 228 = 7 \text{ мг/л.}$$

Относительная погрешность для первого результата:

$$\frac{7 \times 100}{228} = 3,07 \approx 3\%$$

Следует отметить, что при количественной оценке погрешностей специалисты пользуются различными их характеристиками, описываемыми методами математической статистики. Такие характеристики необходимы для оценки значений случайных и систематических составляющих погрешности, которые, в свою очередь, применяются при контроле сходимости и воспроизводимости результатов измерений (см., например, ГОСТ Р 51232-98). При использовании полевых методов анализа, в случаях, когда нет необходимости в соблюдении четкого алгоритма обработки результатов и для большей скорости в работе, ограничиваются упрощенным внутренним (т.е. выполняемым самим оператором) контролем точности результатов, правила которого описаны в п. 3.7. Вместе с тем, при проведении анализов по аттестованным МВИ, следует руководствоваться порядком обработки результатов и контроля точности, описанным в конкретной методике.

3.6. Точность анализа и факторы, ее определяющие

Точность выполнения анализа, в общем случае, определяется:

- 1) точностью отбора пробы, а также измерения объемов титрованных и других растворов;
- 2) качеством растворов, которое может ухудшиться при их загрязнении, хранении в негерметично закрытых склянках, в теплом месте или на свету, а также при хранении растворов слишком продолжительное время (свыше гарантийного срока). Одной из распространенных ошибок является использование при дозировке растворов грязных пипеток, т.е. таких, которые уже заполнялись ранее другими растворами;
- 3) полнотой учета мешающих примесей, которые могут присутствовать в анализируемой воде;
- 4) погрешностями при снятии показаний при колориметрировании и др.

3. НА ЧТО СЛЕДУЕТ ОБРАТИТЬ ВНИМАНИЕ ПРИ РАБОТЕ...

Точность анализа, выполняемого с применением унифицированных титриметрических методик, сопоставима с точностью лабораторных методик выполнения измерений (относительная погрешность до $\pm 30\%$).

Точность анализа, выполняемого с применением колориметрических методик, зависит от способа регистрации интенсивности окраски пробы: при использовании цветной контрольной шкалы, т.е. при визуально-колориметрическом определении, анализ полуколичественный (относительная погрешность $\pm 70\%$ и более); при фотоколориметрировании пробы с применением фотоколориметра типа «Экотест-2020» или аналогичного, анализ количественный (относительная погрешность до $\pm 30\%$). Подробнее о выполнении анализа с фотоколориметрированием проб см. в п. 3.4.4.

Данные о нормированных показателях точности при выполнении измерений по какому-либо компоненту приведены в тексте соответствующей МВИ.

Вы всегда можете проконтролировать точность выполненного анализа, протестировав специально приготовленные контрольные растворы при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале, либо задаваемых произвольно в пределах диапазона измерений. Контрольные растворы могут быть приготовлены по методике, приведенной в МВИ либо в руководстве [6] (обычно их приготавливают заблаговременно в лабораторных условиях).

Особое внимание следует уделять чистоте мерной посуды, пробирок, склянок и других средств, используемых при анализе. Перед полевыми анализами (или в их процессе, если того требует программа работ) используемую посуду необходимо тщательно промыть горячим мыльным раствором, многократно прополоскать дистиллированной или чистой водой (желательно прокипятить в воде) и высушить. Для одних и тех же анализов лучше использовать одну и ту же посуду. Хороший результат при мытье посуды дает обработка хромовой смесью, однако ее нельзя рекомендовать для полевых условий, т.к. при такой обработке, так же как и при обработке раствором стирального порошка, необходимо особо тщательное многократное ополаскивание посуды с большим количеством воды. Кроме того, при анализе металлов хромовую смесь для обработки посуды не используют.

В процессе хранения титрованных растворов (особенно при хранении склянок с растворами на свету, в негерметичном виде, при повышенной температуре) может измениться (уменьшиться) их концентрация. По этой причине, в особенности при точных измерениях, рекомендуется периодически проверять фактическую величину концентрации титрованных растворов, для чего проводить их контрольное титрование по методикам, на которые даны ссылки при описании соответствующих анализов.

3.6. Точность анализа и факторы, ее определяющие

При анализе содержания компонентов в воде или почвенных вытяжках в полевых условиях выполняют не менее двух параллельных определений. *Параллельными* определениями можно считать такие, которые выполняются одновременно либо последовательно при идентичных условиях (при тех же реактивах, растворах, посуде, из одной и той же пробы и т.п.). По результатам определений при количественном анализе (титровании, приборном колориметрировании) рассчитывают сходимость определений (A) в процентах:

$$A = \frac{2 \times (P_1 - P_2)}{P_1 + P_2} \times 100,$$

где P_1 и P_2 — больший и меньший результаты соответственно из двух параллельных определений концентраций компонентов.

Для большинства *макрокомпонентов*, т.е. таких компонентов, содержание которых в воде превышает 10 мг/л, рекомендуется значение сходимости до 10%; с содержанием от 10 до 1 мг/л — 10–15%; от 1 до 0,01 — 15–25%; менее 0,01 — 30%. В противном случае анализ повторяется.

Определение можно считать количественным, если сходимость составляет от 10 до 30% (ГОСТ 24902), и полуколичественным при значениях сходимости на уровне 40–50% и более. При визуально-колориметрическом определении анализ может считаться выполненным удовлетворительно, если не возникает сомнений в отнесении результатов обоих определений к одному и тому же образцу контрольной шкалы либо ее диапазону.

Результатом анализа считают среднее арифметическое из двух параллельных определений, имеющих удовлетворительную сходимость. Таким образом, для получения результата анализа всегда следует выполнять несколько определений: выполнив первые два и получив неудовлетворительную сходимость, выполнить третье определение; далее, определив, какой их полученных результатов является ошибочным, по оставшимся двум рассчитать среднее арифметическое как результат анализа.

При количественном анализе воды, при наличии трех и более результатов определений, может быть рассчитано среднеквадратичное отклонение, характеризующее суммарную погрешность методики измерений (ГОСТ 24902, ГОСТ Р 51232).

3.7. Система контроля и документирования результатов

Для успешного выполнения анализов воды полевыми методами недостаточно уверенного владения оборудованием и желания получить результаты. Для этого необходим целый комплекс мер, признанных на международном уровне и получивших название «хорошая практика» (good practice). Этот комплекс мер описан ниже.

Система контроля правильности и точности результатов. Термин *правильность результатов* характеризует, в основном, корректность используемых методов определения и контроль правильности измерений, полноту учета влияющих факторов и т.п., в то время как *точность результатов* — это аккуратность выполнения операций и корректное соблюдение технологии работы. Контроль точности измерений часто удобнее проводить в лабораторных условиях. При подготовке к полевым анализам необходимо убедиться в работоспособности всех компонентов рецептуры и в правильности получаемых результатов; то же разумно сделать и по возвращении из полевых условий, т.к. за время полевых работ могли произойти изменения, повлиявшие на работоспособность метода.

Подготовленность оператора. Оператор должен владеть приемами работы, уметь контролировать точность и аккуратность своих действий. Это качество, в свою очередь, обусловлено наличием определенного опыта работы (если речь идет о профессиональной деятельности — соответствующим образованием, подтвержденным дипломами и сертификатами) и может быть оценено при выполнении контрольных измерений, выявлении случайных, систематических и грубых погрешностей в работе данного оператора. Следует отметить, что каждая операция при анализе имеет свои систематические и случайные погрешности и выполняющий анализ должен, по меньшей мере, иметь о них представление.

Ведение документации по анализам и подготовке к ним. Это имеет большое значение для получения систематических правильных результатов. Под документацией мы понимаем, прежде всего, рабочие тетради (журналы) и протоколы наблюдений (измерений).

Рабочие тетради предназначены для фиксирования текущих действий оператора, а также обстоятельств и условий их выполнения. Рабочая тетрадь должна помочь уточнить или проверить правильность всех выполненных действий — приготовления растворов, взятия навесок, выполненных расчетов и т.п. Практика показывает, что многие часто недооценивают необходимость скрупулезного фиксирования в рабочей тетради действий оператора-аналитика. Это может приводить, с одной стороны, к потере информации и невозможности выяснить источники погрешностей или ошибок, и с другой стороны, затрудняет определе-

3.7. Система контроля и документирования результатов

ние закономерностей в работе и обобщение опыта работы. Рабочая тетрадь ведется в произвольной форме.

Протокол наблюдений (измерений, исследований и т.п.) является важным документом, куда заносятся условия отбора проб и выполнения анализа, результаты анализа, а также дополнительные сведения, которые могут быть учтены при обобщении результатов. Примерная форма протокола исследования качества воды приведена в приложении 1. В протоколе желательно отразить результаты исследования качества воды несколькими методами в сопоставимом виде. Например, водородный показатель (рН) воды может быть определен с использованием тест-комплекта визуально-колориметрическим методом и/или прибором (рН-метром); органолептические показатели могут быть определены разными операторами и т.д. Протокол может иметь приложения — фотографии, рисунки, схемы, таблицы и др. При необходимости протокол может быть подписан или заверен руководителем полевой экспедиции либо лицом, непосредственно выполнявшим исследование. В протоколах наблюдений следует обязательно указывать даты и условия отбора и консервации проб.

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ АНАЛИЗОВ

4.1. Факторы опасности

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

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

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

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

4.2. Общие правила безопасной работы

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

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

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

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

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

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

- 1) хранения в специальном месте, недоступном для неспециалистов (учащихся);
- 2) использования только персоналом, выполняющим работы (самим преподавателем);
- 3) учета при расходовании.

4. МЕРЫ БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ ВЫПОЛНЕНИИ АНАЛИЗОВ

4.3. Правила работы с едкими веществами и растворами

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

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

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

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

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

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

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

4.4. Правила работы с растворителями

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

Четыреххлористый углерод (химическая формула CCl_4) относится к высокоопасным соединениям (2 класс опасности). Обладает токсическим действием при вдыхании его паров и при попадании капельножидкого растворителя на кожные покровы. Предельно допустимая концентрация в воздухе рабочей зоны ($\text{ПДК}_{\text{ВРЗ}}$) паров четыреххлористого углерода составляет 20 мг/м^3 . Негорюч.

Хлороформ (химическая формула CHCl_3) относится к высокоопасным соединениям (2 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров. Оказывает токсическое воздействие на внутренние органы, особенно на печень. $\text{ПДК}_{\text{ВРЗ}}$ для паров хлороформа составляет 20 мг/м^3 . Негорюч.

Ацетон (химическая формула $\text{CH}_3=\text{CO}=\text{CH}_3$) относится к малоопасным соединениям (4 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров и раздражающим и обезжиривающим действием при попадании растворителя на кожные покровы. $\text{ПДК}_{\text{ВРЗ}}$ для паров ацетона составляет 200 мг/м^3 . Относится к легковоспламеняющимся жидкостям.

Гексан (химическая формула C_6H_{14}) относится к малоопасным соединениям (4 класс опасности). Обладает наркотическим действием при вдыхании его паров и раздражающим и обезжиривающим действием при попадании растворителя на кожные покровы. $\text{ПДК}_{\text{ВРЗ}}$ для паров гексана составляет 300 мг/м^3 . Относится к легковоспламеняющимся жидкостям.

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

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

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

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

5. ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

5.1. Общие правила отбора проб

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

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

Правила отбора проб при определении конкретного показателя приведены в разделе 6. Ниже приведены некоторые общие правила, касающиеся обеспечения правильности отбора и сохранности проб.

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

Для получения достоверных результатов анализ воды следует выполнять, по возможности, скорее. В воде протекают процессы окисления-восстановления, сорбции, седиментации, биохимические процессы, вызванные жизнедеятельностью микроорганизмов и др. В результате некоторые компоненты могут окисляться или восстанавливаться: нитраты — до нитритов или ионов аммония, сульфаты — до сульфитов; кислород может расходоваться на окисление органических веществ и т.п. Соответственно могут изменяться и органолептические свойства воды —

запах, привкус, цвет, мутность. Для предотвращения изменений пробы в процессе хранения их консервируют, добавляя специальные реагенты в необходимых количествах. Биохимические процессы можно замедлить, охладив воду до температуры 2–5°C (в холодильнике). Но даже консервация проб позволяет их сохранить для анализа лишь на определенное время и в определенных условиях.

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

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

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

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

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

5.2. Отбор проб из водоемных источников

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

Пробы из рек и водных потоков отбирают для определения качества воды в бассейне реки, пригодности воды для пищевого использования, орошения, для

5. ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

водопоя скота, рыбозаведения, купания и водного спорта, установления источников загрязнения.

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

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

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

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

Пробы влажных осадков (дождя и снега) чрезвычайно чувствительны к загрязнениям, которые могут возникнуть в пробе при использовании недостаточно чистой посуды, попадании инородных (не атмосферного происхождения) частиц и др. Считается, что пробы влажных осадков не следует отбирать вблизи источ-

5.2. Отбор проб из водоисточников

ников значительных загрязнений атмосферы — например, котельных или ТЭЦ, открытых складов материалов и удобрений, транспортных узлов и др. В подобных случаях проба осадков будет испытывать значительное влияние указанных локальных источников антропогенных загрязнений.

Образцы осадков собирают в специальные емкости, приготовленные из нейтральных материалов. Дождевая вода собирается при помощи дождемера (рис. 7). Осадки собираются воронкой с диаметром не менее 20 см и стекают в мерный цилиндр или в емкость для хранения проб. Расчет количества осадков выполняют при метеорологических наблюдениях, иногда проводимых совместно с изучением химического состава осадков. Количество осадков (h) в миллиметрах проводится по формуле:

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

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

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

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

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

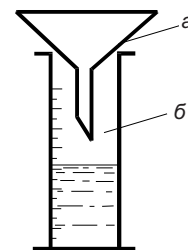


Рис. 7. Прибор для сбора жидких осадков (дождемер):
а — воронка;
б — мерный цилиндр.

5. ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

честве, достаточном для обновления воды в скважине, водопроводе, углублении и т.п.

Пробы воды из водопроводных сетей отбирают в целях определения общего уровня качества водопроводной воды, поиска причин загрязнения распределительной системы, контроля степени возможного загрязнения питьевой воды продуктами коррозии и др.

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

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

5.3. Консервация проб воды

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

В табл. 5 приведены способы консервации, а также особенности отбора и хранения проб воды.

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

Таблица 5

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

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

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

Продолжение табл. 5

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Жесткость общая	Полимерный материал или стекло	—	24 ч.	Допускается хранение в течение 48 ч., кроме проб с удельной электропроводностью более 70 мСм/м. Не допускается применять серную кислоту
Запах	Стекло	Охлаждение до 2–5 °С	6 ч.	Допускается определять на месте отбора проб
Кальций и магний	Полимерный материал или стекло	—	24 ч.	Допускается хранение в течение 48 ч, кроме проб с удельной электропроводностью более 70 мСм/м
		Подкисление до pH менее 2	1 мес.	Не допускается применение серной кислоты
Кислород растворенный	Полимерный материал или стекло	—	—	Фиксацию кислорода проводят в соответствии с требованиями конкретных методов определения показателя
	Полимерный материал	Фиксация кислорода при отборе проб и хранение в темном месте	4 сут.	
Кислотность и щелочность	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб (особенно для проб с высокой концентрацией растворенных газов)

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Металлы тяжелые (медь, свинец, цинк)	Полимерный материал или боросиликатное стекло	Подкисление до pH менее 2 (2 мл азотной кислоты на 1 л пробы)	1 мес.	—
Мутность и прозрачность	Полимерный материал или стекло	—	24 ч.	Предпочтительно проводить определение на месте отбора проб
Нефть и нефтепродукты (суммарно)	Стекло	Экстракция (по возможности на месте) и охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	Емкость перед отбором проб должна быть промыта экстрагентом. После отбора проб необходимо добавить экстрагент или провести экстракцию на месте отбора проб
Нитраты	Полимерный материал или стекло	Подкисление до pH менее 2 или охлаждение до 2–5 °С, или добавление 2–4 мл хлороформа и охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	Не допускается применение азотной кислоты
		Фильтрование через мембранный фильтр с размером пор 0,45 мкм и охлаждение до 2–5 °С	48 ч.	Для грунтовых и поверхностных вод

Продолжение табл. 5

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Нитриты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	Не допускается применение азотной кислоты
		Добавление 2–4 мл хлороформа на 1 л пробы, охлаждение до 2–5 °С	2 сут.	
Общая минерализация, сухой остаток	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	—
Окисляемость перманганатная	Стекло	Подкисление до pH менее 2 серной кислотой, охлаждение до 2–5 °С и хранение в темном месте	2 сут.	Определение следует проводить как можно скорее
	Полимерный материал	Замораживание до минус 20 °С	1 мес.	
Ортофосфаты (растворенные)	Стекло или боросиликатное стекло	Фильтрование на месте при отборе проб. Охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	Определение следует проводить как можно скорее
		Добавление 2–4 мл хлороформа на 1 л пробы, охлаждение до 2–5 °С	3 сут.	

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Поверхностно-активные вещества (анионогенные)	Стекло	Подкисление до pH менее 2 серной кислотой, охлаждение до 2–5 °С	48 ч.	—
		Добавление 2–4 см ³ хлороформа на 1 л пробы, охлаждение до 2–5 °С	7 сут.	—
Полифосфаты	Полимерный материал или стекло	Добавление 2–4 см ³ хлороформа на 1 л пробы и охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	—
Сульфаты	Полимерный материал или стекло	Охлаждение до 2–5 °С	7 сут.	Для сточных вод: для предотвращения возможного образования сероводорода в пробу сточной воды добавляют пероксид водорода. Для проб с БПК более 200 мг/л вместо пероксида водорода добавляют соляную кислоту
Сульфиды (в том числе легколетучие)	Полимерный материал или стекло	Добавление углекислого натрия с последующим добавлением уксуснокислого цинка в количествах в зависимости от метода определения	24 ч.	Емкости с пробами заполняют до верха. Определение следует проводить как можно скорее

Окончание табл. 5

Наименование показателя	Материал, из которого изготовлена емкость для отбора и хранения проб	Метод хранения и консервации	Максимальный срок хранения	Примечание
Фториды	Полимерный материал (за исключением полифторэтиленового)	—	1 мес.	—
Фенолы (фенольный индекс)	Боросиликатное стекло	Охлаждение до 2–5 °С	24 ч.	—
		Подщелачивание до pH 10 без охлаждения	24 ч.	
Формальдегид	Стекло	Добавление 5 см раствора серной кислоты (1:1) на 1 л пробы	10 сут.	При отсутствии консервации пробы определение показателя проводят не позднее 6 ч. с момента отбора пробы
Хлориды	Полимерный материал или стекло	—	1 мес.	—
Хлор остаточный	Полимерный материал или стекло	—	—	Определение следует проводить как можно скорее
Цветность	Полимерный материал или стекло	—	—	То же
		Охлаждение до 2–5 °С и хранение в темном месте	24 ч.	—

5.4. Отбор и подготовка проб почвы

Используемые в комплектных изделиях методы позволяют выполнять оценку показателей состояния почвы посредством анализа почвенных вытяжек. К таким показателям относятся: в солевой вытяжке — рН, в водной вытяжке — рН, хлорид, карбонат, гидрокарбонат, сульфат, катионы жесткости (кальций, магний), натрий и калий. Имея значения концентраций растворимых компонентов в почвенной вытяжке, проводится оценка таких показателей состояния почвы, как кислотность и засоленность, а также оценивается ряд агрохимических параметров — таких, как необходимость почв в известковании (гипсовании), пригодность почв к использованию в культурно-бытовом или сельскохозяйственном отношении и т.п. Процедура анализа почвенной вытяжки не отличается от процедур анализа воды, за исключением обора пробы почвы и особенностей ее подготовки. Подробные сведения о правилах и нормах взятия почвенных образцов и проб, их обработке и приготовлении почвенных вытяжек приведены в руководстве [7].

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

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

5.4.1. Общие правила отбора проб почвы

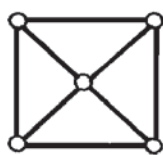
Отбор проб почвы начинается с выбора места для исследования почвы. Почву можно изучать в любом месте, и в то же время место для изучения почвы надо тщательно выбирать.

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

При отборе проб почвы следует иметь в виду, что почвы меняются при смене рельефа, растительности, почвообразующих пород, увлажнения и других экологических факторов. Изменяются также экологические условия жизнедеятельности почвенных организмов, которым почва образует среду обитания. Прежде чем выбирать место для изучения почвы, надо установить, почву какого участка вы намереваетесь изучить — склона, водораздела или днища долины, пашни или леса. Место для изучения должно находиться в центральной, а не в краевой части территории с характерными условиями. Оно не должно чем-либо выделяться на участке или быть нетипичной для избранных условий (или, напротив, должно иметь именно требуемые признаки нарушений и т.п.).

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

5.4.2. Отбор объединенной пробы методом конверта



5-10 м

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

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

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

5. ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

Следует иметь в виду, что при транспортировке и хранении пробы почвы в мешке, проницаемом для паров воды, может измениться влажность пробы. С другой стороны, при длительном нахождении пробы в «недышащем» мешке, например, полиэтиленовом, в пробе могут протекать биологические процессы, в результате которых изменяется состав микрофлоры и микрофауны, а также может измениться химический состав почвы.

5.4.3. Подготовка проб почвы к анализу

Подготовка проб почвы к анализу включает несколько этапов:

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



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

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

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

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

образцов, *допускается считать сухой почву, находящуюся в воздушно-сухом состоянии, т.е. сухую на ощупь и легко рассыпающуюся*. Следует отметить, что высушивание пробы почвы до абсолютно сухого состояния делает пробу пригодной для подавляющего большинства химических анализов, часть из которых не определяется с применением полевых лабораторий или тест-комплектов.

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

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

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

5.4.4. Унифицированная методика приготовления почвенных вытяжек

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

Водная вытяжка используется для аналитического определения содержания в почве растворимых солей — хлоридов, сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов, нитратов, солей кальция, а также расчетным методом — солей

5. ОТБОР ПРОБ И ИХ КОНСЕРВАЦИЯ

магния, натрия и калия. Для приготовления водной вытяжки обычно применяют дистиллированную воду либо кипяченую питьевую воду с малым содержанием (мягкую). При приготовлении водной вытяжки для извлечения водорастворимых солей используют соотношение количества сухой почвы к воде как 1:5 (ГОСТ 26423).

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

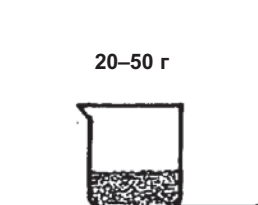
Количество приготавливаемой почвенной вытяжки зависит от вида и количества выполняемых анализов. Для определения основных параметров вытяжек с использованием портативных полевых лабораторий и тест-комплектов (pH, содержания растворимых солей — сульфатов, карбонатов, гидрокарбонатов, хлоридов, нитратов,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

- почвы типа «песок» — 1,4 г/см³;
- почвы типа «торф» — 0,4 г/см³;
- почвы типа «чернозем» — 1,1 г/см³.

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

Ниже приведены операции для получения 50–150 мл вытяжки с использованием оборудования из состава полевой комплектной лаборатории «НКВ», тест-комплектов или однотипных ранцевых лабораторий, производимых научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+».

Приготовление водной почвенной вытяжки



1.

В стакан на 200 мл поместите 20–50 г высушенной почвы. Взвесьте стакан с почвой и без неё, определив массу почвы (m , г).



2.

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



3.

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



4.

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

Примечание.

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

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

6.1. Алюминий

В природных водах алюминий присутствует в ионной, коллоидной и взвешенной формах, миграционная способность которых невысока. С участием алюминия образуются довольно устойчивые комплексы, в том числе органоминеральные, находящиеся в воде в растворенном или коллоидном состоянии. Естественное содержание алюминия в водоисточниках колеблется в широких пределах от единиц до сотен мкг/л; в некоторых кислых водах иногда его концентрация может достигать нескольких граммов в 1 л. Это объясняется тем, что при закислении водоема нерастворимые формы алюминия переходят в растворимые, что способствует резкому повышению его концентрации в воде.

Чрезвычайно актуальным является аналитическое определение алюминия в питьевой воде, т.к. основная масса воды источников хозяйственно-питьевого назначения в процессе очистки проходит химическую водоподготовку (обработку) солями алюминия с целью ее осветления. Поскольку алюминий вносится в воду в составе соответствующих солей (преимущественно сульфата) и в ходе осветления воды выпадает в осадок при коагуляции или флокуляции, то говорят об остаточном содержании алюминия в воде, а соответствующий показатель, в связи с анализом осветленной воды, часто называют *остаточный алюминий*.

ПДК алюминия в природных водах или остающегося в воде после ее обработки не должна превышать 0,5 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения алюминия является колориметрическим (ГОСТ 18165, МВИ 06-151-11, ПНД Ф 14.1:2:4.166-2000) и пригоден для анализа питьевой, природной и нормативно-очищенной сточной воды. Определение основано на способности иона алюминия Al^{3+} образовывать с реактивом алюминоном оранжево-красное комплексное соединение при pH 4,5 в присутствии сульфата аммония, используемого для стабилизации окраски комплексного соединения.

Метод специфичен при анализе природных поверхностных вод и питьевой воды. Проведению анализа мешают: окисное железо (Fe^{+3}), хлор, фториды в концентрациях более 0,3 мг/л, полифосфаты — более 0,2 мг/л. Влияние окисного

железа и хлора до массовой концентрации 0,5 мг/л устраняется добавлением аскорбиновой кислоты как восстановителя. При необходимости влияние других мешающих анализу компонентов может быть устранено:

- при наличии в пробе воды активного хлора более 0,5 мг/л — добавлением эквивалентного количества раствора серноватистокислого натрия;
- при наличии в пробе фторидов и полифосфатов — выпариванием пробы с серной кислотой.

Окрашенная проба колориметрируется визуально по контрольной цветовой шкале либо фотоколориметрически ($\lambda = 525$ нм).

Диапазон определяемых концентраций алюминия в воде: при визуально-колориметрическом определении — от 0,5 до 6,0 мг/л; при фотоколориметрическом определении — от 0,05 до 1,0 мг/л.

Объем пробы — 10 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Мерная склянка с меткой «10 мл» с пробкой, пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пипетка-капельница полимерная на 1 мл, флакон с меткой «100 мл» для приготовления раствора алюминона, шпатель.

Алюминон в капсулах по 0,2 г, аскорбиновая кислота, вода дистиллированная, раствор буферный ацетатный, раствор сульфата аммония.

Контрольная цветная шкала для определения алюминия (0,0; 0,5; 2,0; 6,0 мг/л).

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Подготовка к работе состоит в приготовлении раствора алюминона, имеющего ограниченный срок годности.

Приготовление раствора алюминона

0,2 г алюминона (содержимое капсулы) перенесите во флакон с меткой «100 мл» для приготовления раствора алюминона. Добавьте 50–60 мл нагретой до кипения дистиллированной воды, охладите до комнатной температуры, растворите алюминон. Затем прибавьте во флакон 5 мл буферного раствора, перемешайте и доведите объем до метки «100 мл» дистиллированной водой.

Раствор алюминона хранят во флаконе из состава изделия. Срок годности раствора алюминона — не более 3 месяцев.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

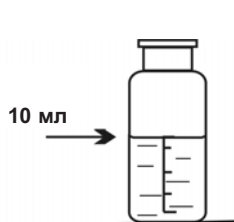
ОТБОР ПРОБЫ

Для отбора проб при определении алюминия используются бутылки из полимерного материала. Растворенные в воде формы алюминия и адсорбированный на взвешенных частицах алюминий допускается определять в одной и той же пробе.

При необходимости проводят фильтрование на месте отбора проб. Допускается хранение проб в течение не более 3 суток при условии их консервации подкислением до pH менее 2 (20 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л воды) и хранения в холодильнике (2–5 °C).

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

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



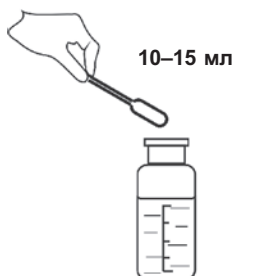
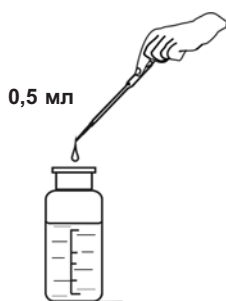
1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой.

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

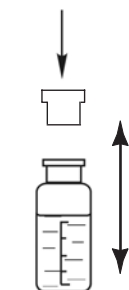
Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



2.

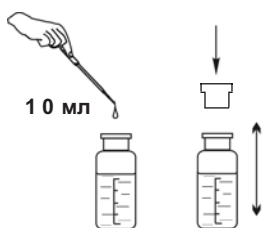
Добавьте в ту же склянку пипеткой полимерной 0,5 мл раствора сульфата аммония и на кончике шпателя — аскорбиновую кислоту (10–15 мг).



Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.

Примечание.

Неточность при дозировке аскорбиновой кислоты не влияет на точность анализа.

**3.**

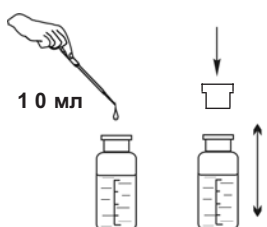
Добавьте другой пипеткой 1,0 мл раствора алюминона. Слянку закройте пробкой, встряхните для перемешивания раствора и выдержите 3–5 мин.



3 мин.

Примечание.

Добавляйте растворы чистыми пипетками.

**4.**

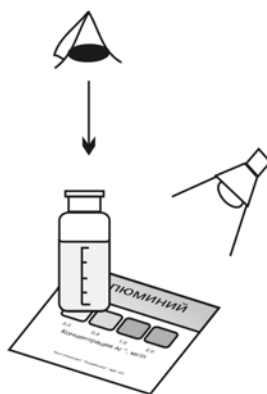
Добавьте туда же пипеткой 1,0 мл ацетатного буферного раствора. Слянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



20 мин.

5.

Раствор в слянке оставьте на 20 мин. для полного развития окраски.

**6.**

Выполните колориметрирование пробы.

При визуальном-колориметрическом определении слянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы.

Освещая слянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз.

Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации иона алюминия (Al^{3+}) в мг/л.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



7.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны 525 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-06-151-11, рассчитайте массовую концентрацию иона алюминия в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации иона алюминия автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа может быть выполнен путем анализа стандартного раствора алюмокалиевых или алюмоаммонийных квасцов или ГСО (по катиону Al^{3+}) при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

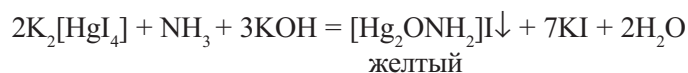
6.2. Аммоний

Аммоний и его соединения в небольших концентрациях обычно присутствуют в природных водах вследствие участия в биологическом круговороте веществ (в цикле азота) и техногенного загрязнения (минеральными удобрениями, фекальными стоками и т.п.).

ПДК аммиака и ионов аммония в воде водоемов составляет 2,6 мг/л (или 2,0 мг/л по аммонийному азоту). Лимитирующий показатель вредности — общесанитарный.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения массовой концентрации иона аммония является колориметрическим (ГОСТ 4192-82, ПНД Ф 14.1:2:4.262-10, МВИ-04-148-10) и пригоден для анализа питьевой и природной воды. Определение основано на реакции иона аммония с реактивом Несслера (тетрайодомеркуратом калия в щелочной среде, $K_2[HgI_4] + KOH$) с образованием окрашенного в щелочной среде в желтый цвет соединения:



Мешающее влияние железа устраняют добавлением к пробе сегнетовой соли $\text{KCOO}(\text{CHON})\text{COONa}$.

Определению мешают амины, хлорамины, ацетон, альдегиды, спирты, фенолы, компоненты жесткости воды, хлор и другие вещества, реагирующие с реактивом Несслера, в концентрациях, не встречающихся в природных водах, поэтому влияние указанных веществ в данном методе считается незначимым.

Окрашенная проба колориметрируется визуально по контрольной цветовой шкале либо фотоколориметрически ($\lambda = 430 \text{ нм}$).

Диапазон определяемых концентраций аммония в воде составляет: при визуально-колориметрическом определении — от 0,2 до 3 мг/л; при фотоколориметрическом определении — от 0,2 до 4 мг/л.

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пипетка-капельница вместимостью 1 мл, пробирка колориметрическая с меткой «5 мл», шпатель. Реактив Несслера, сегнетова соль. Контрольная цветровая шкала образцов окраски для определения катиона аммония (0; 0,2; 0,7; 2,0; 3,0 мг/л).

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБЫ

Для отбора проб при определении аммония используются бутылки из полимерного материала или стекла. Допускается хранение проб в течение не более 2 суток при условии их консервации подкислением до pH менее 2 (1 мл концентрированной серной кислоты на 1 л воды) и хранения в холодильнике (2–5 °C).

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

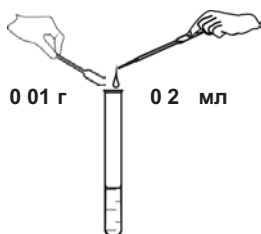
Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой.

Налейте в пробирку пробу воды до метки «5 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



2.

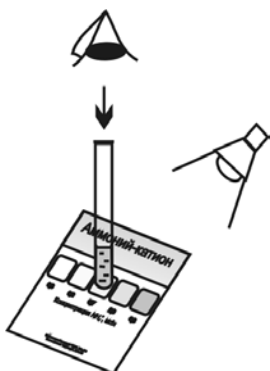
Добавьте в воду шпателем 0,01 г сегнетовой соли (несколько кристаллов) и туда же пипеткой — 0,25 мл реактива Несслера. Содержимое пробирки перемешайте встряхиванием.



2 мин.

3.

Оставьте смесь на 2 мин. для завершения реакции.



4.

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



5.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 430 нм относительно холостой пробы. Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-04-148-10, рассчитайте массовую концентрацию иона аммония в мг/л.

6.3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации иона аммония автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности может быть выполнен путем анализа стандартного раствора соли аммония или ГСО (по иону аммония) при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)

В процессе биохимического окисления органических веществ в воде происходит уменьшение концентрации растворенного кислорода (РК), и эта убыль косвенно является мерой содержания в воде органических веществ. Соответствующий показатель качества воды, характеризующий суммарное содержание в воде органических веществ, называется *биохимическим потреблением кислорода* (БПК).

БПК — количество кислорода в миллиграммах, требуемое для окисления находящихся в 1 л воды органических веществ в аэробных условиях, без доступа света, при 20°C, за определенный период в результате протекающих в воде биохимических процессов. Обычно определяют БПК за 5 суток инкубации (БПК₅)*, однако содержание некоторых соединений более информативно характеризуется величиной БПК за 10 суток или за период полного окисления (БПК₁₀ или БПК_{полн.} соответственно). Инкубацию пробы проводят без доступа света (в темном месте). Ориентировочно принимают, что БПК₅ составляет около 70% БПК_{полн.}, однако эта величина может составлять от 10 до 90% в зависимости от окисляющегося вещества.

Особенностью биохимического окисления органических веществ в воде является сопутствующий ему процесс нитрификации, искажающий характер потребления кислорода.

В поверхностных водах величина БПК₅ колеблется в пределах от 0,5 до 5 мг/л; она подвержена сезонным и суточным изменениям, которые, в основном,

* Может определяться также БПК₁₀ (за 10 суток) и БПК_{полн.} (за 20 суток), при этом окисляется около 90% и 99% органических веществ соответственно.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

зависят от изменения температуры и от физиологической и биохимической активности микроорганизмов. Весьма значительны изменения БПК₅ природных водоемов при загрязнении сточными водами.

Предельно-допустимое значение для БПК_{полн.} составляет: для водоемов хозяйственно-питьевого водопользования — 3 мг/л, для водоемов культурно-бытового водопользования — 6 мг/л. Соответственно те же значения БПК₅ составляют примерно 2 мг/л и 4 мг/л.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения БПК₅ основан на измерении концентрации растворенного кислорода (РК), который определяется методом йодометрического титрования по Винклеру (см. раздел 6.11) в пробе воды до инкубации пробы, а также после нее. Инкубацию пробы проводят без доступа воздуха в кислородной склянке (т.е. в той же посуде, где определяется значение РК) в течение времени, необходимого для протекания реакции биохимического окисления. Так как скорость биохимической реакции зависит от температуры, инкубацию проводят в режиме постоянной температуры (20±1)°С, причем от точности поддержания значения температуры зависит точность определения БПК.

При исследовании промышленных сточных вод, которые трудно подвергаются биохимическому окислению, используемый метод может применяться в варианте определения полного БПК (БПК_{полн.}).

Поскольку анализ на БПК связан с определением РК, мешающее влияние на результат анализа могут оказывать те же примеси, которые влияют на определение РК (взвешенные и окрашенные вещества, биологически активные взвешенные вещества, восстановители и окислители). Мешающее влияние указанные компоненты оказывают, как правило, в концентрациях, встречающихся только в сточных и загрязненных поверхностных водах.

Приведенная методика анализа является унифицированным вариантом методик согласно ПНДФ 14.1:2:3:4.123-97 и ИСО 5815 и применима для анализа относительно незагрязненных природных поверхностных вод, поэтому добавление разбавляющей воды и введение ингибиторов нитрификации не проводится.

Поскольку во время инкубационного периода происходит снижение концентрации кислорода в склянках, проводят предварительное аэрирование пробы для насыщения кислородом воздуха.

Диапазон определяемых значений БПК₅ составляет 1 до 11 мг/л (оптимально — до 6 мг/л).

6.3. Биохимическое потребление кислорода (БПК)

Объем пробы для определения БПК₅ (3 кислородных склянки) составляет около 500 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин. (без продолжительности аэрирования и инкубации проб).

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Оборудование, реактивы и принадлежности для определения растворенного кислорода методом Винклера (см. п. 6.11); кислородные калиброванные склянки для инкубирования проб (3 шт.); чашки Петри.

Термостат-инкубатор, обеспечивающий поддержание температуры (20±1)°С.

ОТБОР ПРОБ И ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Для отбора проб при определении БПК используются бутылки из стекла. Допускается хранение проб в течение не более 1 суток.

При определении БПК проводят аэрацию пробы и заполнение кислородных склянок. Правила отбора проб, операции по заполнению кислородных склянок и особенности выполнения операций при работе с кислородными склянками см. в п. 6.11.

Аэрация пробы. Пробу воды аэрируют для насыщения кислородом воздуха не более чем за 15 мин. перед анализом. Перед аэрацией доводят температуру пробы до 20±1°С (нагревают или охлаждают). Для аэрации пробу помещают в стеклянный сосуд (колбу, делительную воронку и т.п.) такой вместимости, чтобы аэрируемая проба занимала не более 1/3 объема сосуда, и встряхивают в течение 10 мин.

ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

Заполните анализируемой водой, прошедшей аэрирование, 3 кислородные склянки.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



Определение РК по п. 6.11

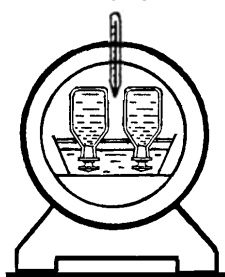
2.

В одной из кислородных склянок (контрольной) сразу же определите и рассчитайте исходное (контрольное) содержание кислорода (C_K) согласно п. 6.11.



Промежуток времени между аэрированием пробы и последующей фиксацией кислорода не должен превышать 15 мин.

20°C



3.

Две другие склянки (или более) с анализируемой водой (инкубационные) поместите в темноте в кювету термостата пробкой вниз, под водяной затвор.

Примечание.

Инкубации подвергается проба в нескольких склянках, т.к. в случае получения ошибочных результатов выполнить анализ повторно окажется невозможно.

4.

Выполните инкубирование проб, непрерывно термостатируя их при температуре 20 ± 1 °C в течение 5 суток (120 ч.). Через 5 суток (в случае определения БПК₅) в инкубационных склянках определите и рассчитайте остаточное содержание кислорода (C_{II}) по п. 6.11.

Значение C_{II} рассчитайте как среднее арифметическое значений, полученных для склянок с инкубированной пробой.

5.

Значение БПК₅ в мг/л определите по формуле:

$$БПК_5 = C_K - C_{II},$$

где C_K — концентрация РК в контрольной склянке, мг/л;

C_{II} — концентрация РК по истечении периода инкубации, мг/л.

Пример расчета БПК₅

Концентрация РК в контрольной склянке (C_K) составила 8,8 мг/л. По истечении 5 суток инкубации среднее арифметическое значение концентрации РК (C_{II}) составило 7,2 мг/л.

Значение БПК₅ составляет:

$$БПК_5 = C_K - C_{II} = 8,8 - 7,2 = 1,6 \text{ мг/л}$$

6.4. Вкус и привкус

Вкус вызывается наличием в воде растворенных веществ и может быть **соленым, горьким, сладким и кислым**. Остальные вкусовые ощущения считаются **привкусами** (солонватый, горьковатый, металлический, хлорный и т.п.). Соленый вкус вызывается содержанием хлорида натрия, горький — сульфата магния. Кислый вкус воде придает большое количество растворенной углекислоты. Незагрязненные природные воды обладают, как правило, только солонватым и горьковатым привкусом. Вода может иметь также чернильный или железистый привкус, вызванный солями марганца и железа или вяжущий привкус, вызванный сульфатом кальция. По нормам СанПиН 2.1.4.559-96 и ГОСТ 3351 для питьевой воды допускается значение привкуса не более 2 баллов.

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



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

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



При определении вкуса и привкуса воду не проглатывать!

Интенсивность вкуса и привкуса охарактеризуйте по 5-балльной шкале, приведенной в табл. 6 (ГОСТ 3351).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Таблица 6

Таблица для определения характера и интенсивности вкуса и привкуса

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

6.5. Водородный показатель (pH)

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

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

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

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

Раствор универсального индикатора.

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБЫ

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

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

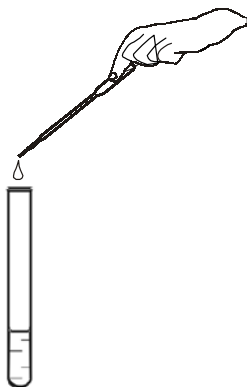


1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой.

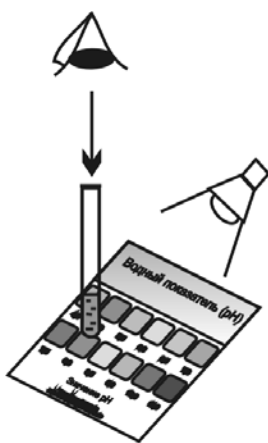
Налейте в пробирку анализируемую воду до метки «5 мл».

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



2.

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



3.

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

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

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

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.6. Диоксид углерода

Диоксид углерода (оксид углерода (IV), ангидрид угольной кислоты, углекислый газ) является газом, хорошо растворяющимся в воде с образованием угольной кислоты (углекислоты).

Диоксид углерода содержится в воде в основном в виде растворенных молекул CO_2 и лишь малая часть его (около 1%) при взаимодействии с водой образует угольную кислоту:



Свободный диоксид углерода, а также гидрокарбонаты и карбонаты представляют собой формы существования угольной кислоты в поверхностных пресных водах, образуя карбонатную систему. В растворе между ними существует подвижное (динамическое) равновесие:



Соотношение между компонентами карбонатной системы в значительной мере определяется величиной pH (рис. 8).

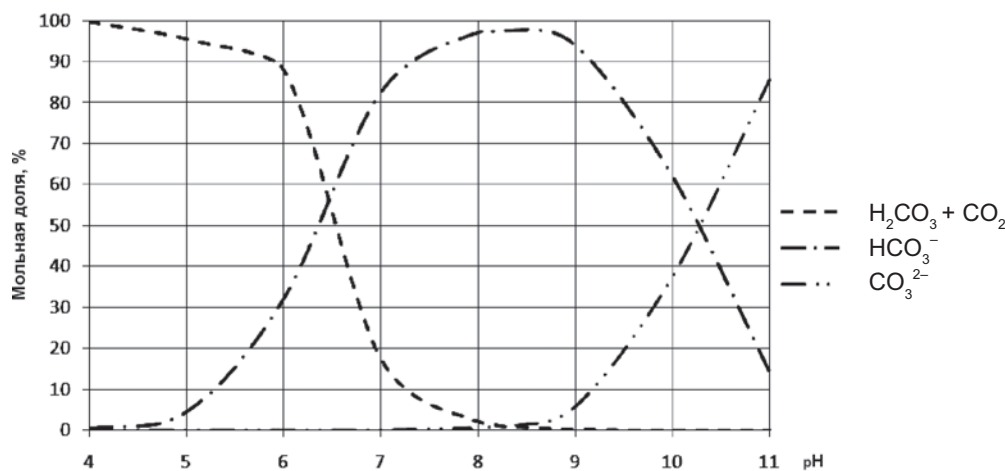


Рис. 8. Карбонатная система: формы нахождения диоксида углерода и других производных угольной кислоты в водном растворе (в мольных долях, %) в зависимости от pH среды (без учета коэффициентов активности).

Диоксид углерода (в основном в виде растворенных молекул CO_2) преобладает в кислых водах при pH 4–6, при этом на долю недиссоциированных молекул угольной кислоты H_2CO_3 приходится около 1%. При pH 4 и ниже из всех

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

компонентов карбонатной системы в воде присутствует только диоксид углерода. В интервале рН от 6 до 10 производные угольной кислоты присутствуют преимущественно в форме гидрокарбонатных ионов, с максимальным их содержанием при рН 8,3–8,4. Карбонаты появляются при рН более 7 и становятся доминирующей формой производных угольной кислоты при рН более 10,5.

На рис. 9 показана зависимость растворимости диоксида углерода в воде от температуры при нормальном атмосферном давлении.

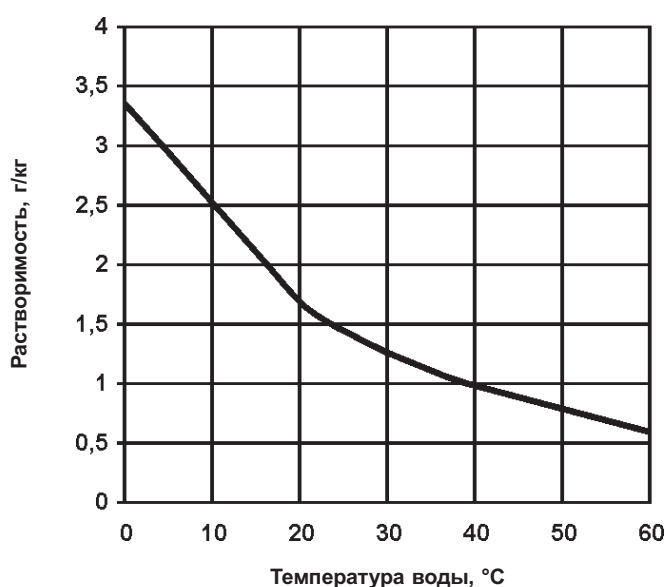
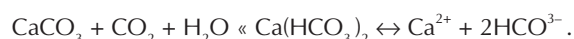


Рис. 9. Зависимость растворимости диоксида углерода в воде (в граммах газа на 1 кг воды) от температуры при нормальном атмосферном давлении.

Из рисунка видно, что при 20°C в 1 л воды растворяется около 1,75 г диоксида углерода, что обеспечивает массовую концентрацию данного компонента в воде около $1,75 \times 10^3$ мг/л. Учитывая, что растворение газа в воде протекает в зависимости от его парциального давления (для CO₂ составляет около 0,0003 атм), реальная концентрация растворенного газа, поступившего из атмосферы, может составить порядка 0,5 мг/л.

Однако диоксид углерода поступает в воду не только из атмосферного воздуха. Источниками поступления углекислого газа в природные воды являются также процессы биохимического распада органических остатков, окисления органических веществ, дыхания водных организмов.

Концентрация диоксида углерода в водоеме — величина, динамично изменяющаяся в зависимости от соотношения процессов поступления и убыли. Значительная часть диоксида углерода потребляется при фотосинтезе, а также расходуется на растворение карбонатов (карстовые процессы). В процессе карстообразования происходит растворение известняков (доломитов, гипса, кальцийсодержащих силикатов и др. в воде, значительно ускоряющееся при наличии в воде свободного диоксида углерода:



Следует упомянуть и процессы химического выветривания алюмосиликатов, в которых также участвует растворенный в воде диоксид углерода:



При высоких концентрациях CO_2 воды становятся агрессивными по отношению к металлам и бетону в результате образования растворимых гидрокарбонатов, нарушающих структуру этих материалов и приводящих к значительному снижению долговечности и прочности различных фундаментов, полов, емкостей из бетона. Агрессивность природных вод характеризуется термином *агрессивная углекислота**, под которым подразумевают долю свободного диоксида углерода в воде, которая способна переводить карбонат кальция из твердой фазы (например, известняка, бетона) в раствор. Вычисление содержания агрессивной углекислоты проводят по разности между содержанием CO_2 в свободной и равновесной формах, причем последняя определяется по специальным таблицам в зависимости от температуры, концентрации гидрокарбонат-иона с учетом суммарного содержания сульфат- и хлорид-ионов**.

Реальная концентрация диоксида углерода в природных водах колеблется от нескольких десятых долей до 3–4 мг/л, изредка достигая 10–20 мг/л. Обычно весной и летом содержание диоксида углерода в водоеме понижается, а в конце зимы достигает максимума. Диоксид углерода имеет исключительно важное значение для растительных организмов как источник углерода при фотосинтезе. В то же время повышенные концентрации CO_2 угнетающе действуют на животные организмы. Давление сильно повышает растворимость диоксида углерода в воде, поэтому этот газ в больших количествах используется для *карбонизации* воды и безалкогольных напитков.

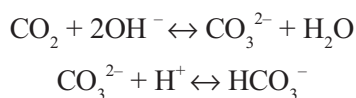
* Данный термин не вполне корректен, т.к. агрессивным агентом является не угольная кислота H_2CO_3 , а растворенный CO_2 .

** См. «Пособие по проектированию защиты от коррозии бетонных и железобетонных строительных конструкций» (к СНиП 2.03.11-85). — Госстрой СССР, 1987.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения растворенного диоксида углерода является титриметрическим (ГОСТ 23268.2-91) и применим при анализе природной воды, лечебно-столовой питьевой воды, бутилированной воды и т.п. Метод применим также для анализа почвенных вод при оценке их агрессивности по отношению к бетонным конструкциям. Определение растворенного диоксида углерода основано на расчете разности между общей массовой концентрацией гидрокарбонат-ионов и исходной массовой концентрацией гидрокарбонат-ионов в воде. Общую массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов определяют после поглощения щелочью растворенного диоксида углерода с образованием карбонат-ионов, переходящих при подкислении в гидрокарбонат-ионы по реакциям:



Исходную массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов определяют в той же пробе, но без операции поглощения диоксида углерода.

Гидрокарбонат-ионы определяют титриметрическим методом, как это выполняется при определении гидрокарбонат-иона, т.е. титрованием соляной кислотой в присутствии индикатора метилового оранжевого (см. п. 6.10).

Учитывая характер определяемого компонента (растворимый газ), ряд особенностей имеет стадия отбора пробы, в ходе которой необходимо не допустить потери диоксида углерода из раствора.

Диапазон определяемых концентраций растворенного диоксида углерода в анализируемой воде составляет от 100 до 6000 мг/л при объеме пробы 10 мл. Продолжительность анализа — не более 30 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка лабораторная стеклянная, колбы мерные на 100 мл и 1000 мл, коническая колба вместимостью 50 мл для титрования, пипетка мерная вместимостью 10 мл для титрования, пипетка-капельница полимерная на 1 мл и 3 мл, пробирка с притертой пробкой с метками «3 мл» и «13 мл», соединительная трубка (сифон), стаканчик полимерный вместимостью 50 мл, стойка-штатив для титрования, цилиндр мерный вместимостью 25 мл, шприц-дозатор вместимостью 10 мл, штатив для пробирок.

Вода дистиллированная, гидроксид натрия в капсулах (по 2,00 г), раствор гидроксида натрия (0,5 моль/л), раствор индикатора метилового оранжевого, ра-

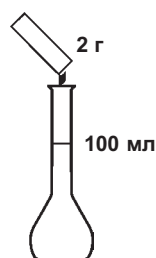
створ индикатора фенолфталеина, раствор соляной кислоты 0,1 моль/л (раствор титранта), соляная кислота (стандарт-титр, 0,1 моль/л).

Примечание. Вода дистиллированная и колба мерная на 1000 мл для приготовления раствора в состав изделия не входят.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Подготовка к работе заключается в приготовлении расходуемых растворов и приготовлении щелочной зарядки для поглощения растворенного диоксида углерода.

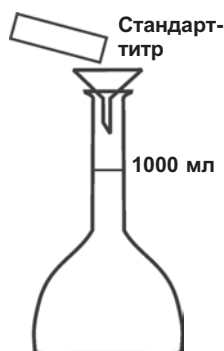


1. Приготовление раствора гидроксида натрия (0,5 моль/л)

Навеску гидроксида натрия из капсулы (2,00 г) полностью перенесите в мерную колбу вместимостью 100 мл, долейте примерно половину объема дистиллированной воды, перемешайте до полного растворения реактива, затем долейте дистиллированную воду до метки, перемешайте. Раствор охладите до комнатной температуры.

Если есть необходимость, доведите объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Раствор перелейте в освободившийся флакон из-под раствора гидроксида натрия, плотно закройте крышкой. Дату приготовления раствора запишите на этикетке флакона.

Срок годности раствора гидроксида натрия — 3 месяца.



2. Приготовление раствора соляной кислоты 0,1 моль/л (раствора титранта)

Содержимое ампулы стандарт-титра 0,1 моль/л соляной кислоты перенесите количественно в мерную колбу вместимостью 1000 мл и доведите объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Раствор перелейте в освободившийся флакон из-под раствора соляной кислоты. Оставшийся раствор храните в темной плотно закрытой склянке. Раствор устойчив при хранении.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



3.

Приготовление щелочной зарядки для поглощения растворенного диоксида углерода

Налейте до метки «3 мл» раствор гидроксида натрия (0,5 моль/л) в чистую сухую пробирку, закройте пробирку притертой пробкой.

Данную операцию следует выполнить непосредственно перед отбором пробы.

ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБЫ



1.

При анализе воды из технологической емкости или природного источника отберите пробу воды непосредственно в пробирку со щелочной зарядкой до метки «13 мл», быстро закройте пробирку пробкой, перемешайте. Объем пробы, полученный таким образом, составит 10 мл (V_{II} , мл).

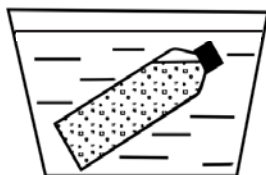
Примечания.

1. Отбор пробы проводите, по возможности, непосредственно в пробирку. При необходимости можно воспользоваться мерным цилиндром или полимерным стаканчиком.
2. Точность определения содержания растворенной двуокиси углерода зависит от того, как быстро отобрана проба анализируемой воды в пробирку со щелочной зарядкой.

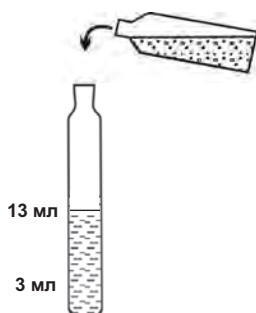
2.

При анализе бутилированной воды поступайте следующим образом.

2.1.



Погрузите закрытую бутылку с минеральной водой полностью в емкость с холодной водой и выдержите в течение 1 ч при температуре 8 ± 1 °C.

**2.2.**

Быстро откупорьте бутылку и прилейте к щелочной зарядке исследуемую минеральную воду до метки «13 мл», закройте пробирку пробкой.

Объем пробы, полученный таким образом, составит 10 мл (V_{II} , мл).

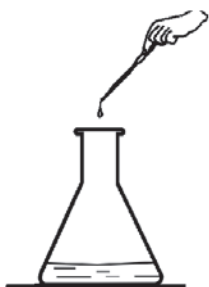
3.

В иных случаях для отбора проб при определении диоксида углерода используются бутылки из полимерного материала или стекла. Анализ следует проводить на месте отбора проб как можно скорее.

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

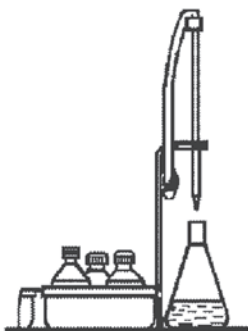
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ***А. Определение общей массовой концентрации гидрокарбонат-ионов*****1.**

Перенесите количественно подготовленную пробу из пробирки в колбу для титрования, ополаскивая пробирку небольшим количеством дистиллированной воды.

**2.**

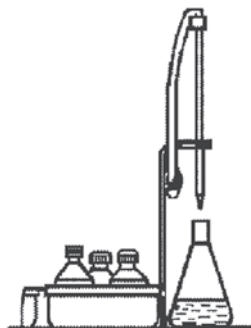
Добавьте пипеткой-капельницей 2 капли раствора фенол-фталеина, пробу перемешайте.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



3.

Титруйте пробу раствором соляной кислоты (0,1 моль/л) до обесцвечивания раствора. Объем кислоты, израсходованный в данном титровании по фенолфталеину, в расчет не принимается.



4.

Добавьте пипеткой-капельницей 2 капли раствора метилового оранжевого и продолжайте титровать соляной кислотой до изменения цвета раствора из желтого в оранжево-розовый. Зафиксируйте объем соляной кислоты, пошедший на титрование (V_2 , мл).

Примечание. Для более четкого выявления момента окончания титрования рекомендуется проводить его в присутствии контрольной пробы, для чего рядом с титруемой пробой помещают такой же объем анализируемой воды (во второй колбе), добавляя такое же количество индикатора.

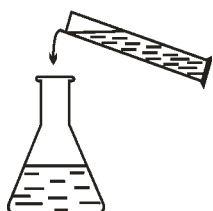
5.

Вычислите общую массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов ($C_{ГК2}$), мг/л, по формуле:

$$C_{ГК2} = \frac{V_2 \times H \times 61 \times 1000}{V_{\Pi}} = V_2 \times 610,$$

где V_2 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по метиловому оранжевому в данном определении, мл;
 H — концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 моль/л;
61 — молярная масса эквивалента гидрокарбонат-иона, г/моль;
 V_{Π} — объем пробы, 10 мл;
1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы.

В. Определение исходной массовой концентрации гидрокарбонат-ионов



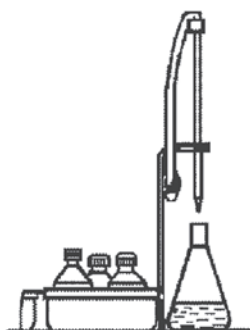
1.

Отберите мерным цилиндром 10 мл (V_{II} , мл) от пробы анализируемой воды в коническую колбу.



2.

Добавьте 2 капли раствора метилового оранжевого, пробу перемешайте.



3.

Титруйте пробу раствором соляной кислоты до изменения цвета раствора из желтого в оранжево-розовый. Зафиксируйте объем соляной кислоты, пошедший на титрование (V_I , мл).

Примечание. При наличии в исследуемой воде гидрокарбонат-ионов более 300 мг/л после окончания титрования пробу воды кипятите в течение 5–7 мин. в колбе на плитке с закрытым нагревателем, снабдив колбу обратным холодильником (обратный холодильник можно заменить перевернутой воронкой). В случае изменения цвета раствора в желтый, пробу дотитруйте.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

4.

Рассчитайте исходную массовую концентрацию гидрокарбонат-ионов ($C_{ГК1}$), мг/л, по формуле:

$$C_{ГК1} = \frac{V_1 \times H \times 61 \times 1000}{V_{II}} = V_1 \times 610,$$

где V_1 — объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по метиловому оранжевому в данном определении, мл;
 H — концентрация раствора соляной кислоты, 0,1 моль/л;
61 — молярная масса эквивалента гидрокарбонат-иона, г/моль;
 V_{II} — объем пробы, 10 мл;
1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы.

С. Расчет массовой концентрации растворенного диоксида углерода

Вычислите массовую концентрацию растворенного диоксида углерода ($C_{ДУ}$), мг/л, по формуле:

$$C_{ДУ} = (C_{ГК2} - C_{ГК1}) \times 0,72 ,$$

где $C_{ГК2}$ — общая массовая концентрация гидрокарбонат-ионов, мг/л;
 $C_{ГК1}$ — исходная массовая концентрация гидрокарбонат-ионов, мг/л;
0,72 — коэффициент пересчета количества гидрокарбонат-ионов на эквивалентное количество двуокси углерода.

6.7. Железо общее

Железо — один из наиболее распространенных элементов в природе. Его содержание в земной коре составляет около 4,7% по массе, поэтому железо с точки зрения его распространенности в природе принято называть макроэлементом. Известно свыше 300 минералов, содержащих соединения железа. Среди них — магнитный железняк α — $\text{FeO}(\text{OH})$, бурый железняк $\text{Fe}_3\text{O}_4 \times \text{H}_2\text{O}$, гематит (красный железняк), гемит (бурый железняк), гидрогетит, сидерит FeCO_3 , магнитный колчедан FeS_x ($x = 1 \div 1,4$), железомарганцевые конкреции и др. Железо также является жизненно важным микроэлементом для живых организмов и растений, т.е. элементом, необходимым в малых количествах для жизнедеятельности .

Железо образует 2 рода растворимых солей, образующих ионы Fe^{2+} и Fe^{3+} , однако в растворе железо может находиться и во многих других формах, в частности:

- 1) в виде истинных растворов (аквакомплексов) $[\text{Fe}(\text{H}_2\text{O})_6]^{2+}$, содержащих железо (II). На воздухе железо (II) быстро окисляется до железа (III), растворы которого имеют бурую окраску из-за быстрого образования гидроксосоединений (сами растворы Fe^{2+} и Fe^{3+} практически бесцветны);
- 2) в виде коллоидных растворов из-за *пептизации* (распада агрегированных частиц) гидроксида железа под воздействием органических соединений;
- 3) в виде комплексных соединений с органическими и неорганическими лигандами. К ним относятся карбонилы, ареновые комплексы (с нефтепродуктами и др. углеводородами), гексацианоферраты $[\text{Fe}(\text{CN})_6]^{4-}$ и др.

В нерастворимой форме железо может находиться в виде взвешенных в воде твердых минеральных частиц различного состава.

Таким образом, в природных водах, в зависимости от условий, могут происходить сложные превращения соединений железа в разных его формах, как в растворе, так и в твердой (взвешенной) фазе, и важными факторами при этом являются кислотность среды, концентрация растворенного кислорода и т.п. Поэтому точные результаты могут быть получены только при определении суммарного железа во всех его формах, так называемого *общего железа*.

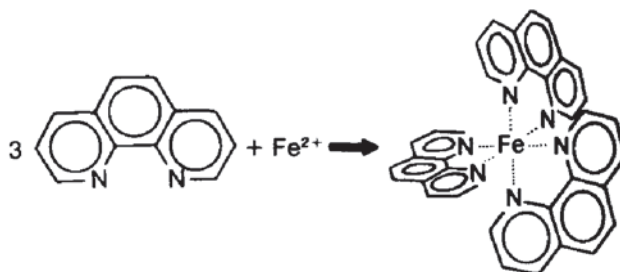
Раздельное определение железа (II) и (III), их нерастворимых и растворимых форм, дает менее достоверные результаты относительно загрязнения воды соединениями железа, хотя иногда возникает необходимость определить железо в его индивидуальных формах.

ПДК общего железа в воде составляет для водоемов хозяйственно-бытового назначения — 0,3 мг/л, рыбохозяйственного назначения — 0,05 мг/л. Лимитирующий показатель вредности — органолептический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения железа общего является колориметрическим (ГОСТ 4011-72, МВИ-01-190-09, ПНД Ф 14.1:2:4.259-2010) и пригоден для анализа питьевой и природных вод. Определение основано на способности катиона железа (II) в интервале pH 3–9 образовывать с орто-фенантролином комплексное оранжево-красное соединение. Реакцию можно представить схемой:

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



При наличии в воде железа (III) оно восстанавливается до железа (II) солянокислым гидроксиламином в ацетатном буферном растворе при pH 4,5–4,7 по реакции:



Таким образом, определяется суммарное содержание железа (II) и железа (III). Анализ проводится в ацетатном буферном растворе при pH 4,5–4,7.

Метод практически селективен при анализе природных поверхностных вод и питьевой воды. Проведению анализа мешают: медь и кобальт в концентрациях более 5 мг/л; никель — более 2 мг/л; марганец — более 50 мг/л; большие количества цианидов, нитритов, полифосфатов.

Окрашенная проба колориметрируется визуально-колориметрически либо фотоколориметрически (502 нм).

Диапазон определяемых концентраций железа в воде: при визуально-колориметрическом определении — от 0,1 до 1,5 мг/л; при фотоколориметрическом определении — от 0,05 до 2 мг/л.

Объем пробы составляет 10 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Бумага индикаторная универсальная, мерная склянка с меткой «10 мл» с пробкой, пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пипетка-капельница полимерная на 1 мл (5 шт).

Вода дистиллированная, раствор орто-фенантролина, раствор буферный ацетатный (pH = 4,5), раствор гидроксида натрия (10%), раствор соляной кислоты (1:10), раствор солянокислого гидроксиламина.

П р и м е ч а н и е. Вода дистиллированная в состав изделия не входит.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски для определения железа общего (0; 0,1; 0,3; 0,7; 1,0; 1,5 мг/л).

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

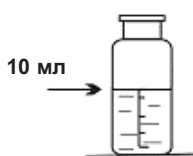
Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении общего железа используются бутылки из полимерного материала или боросиликатного стекла. Данный показатель рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых показателей. Допускается хранение проб в течение не более 2 суток при условии их консервации подкислением до pH менее 2 (20 мл концентрированной соляной кислоты на 1 л воды) и хранения в холодильнике (2–5 °C).

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

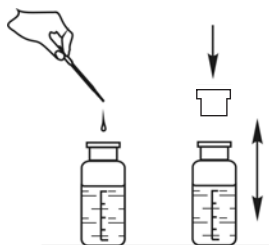
Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки «10 мл». Используя универсальную индикаторную бумагу и пипетку-капельницу, а также, в зависимости от pH среды, растворы гидроксида натрия либо соляной кислоты, доведите pH пробы до pH 4–5.

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



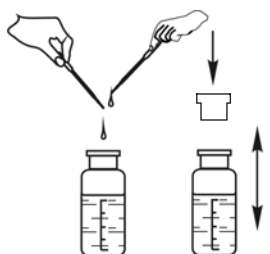
Соблюдайте осторожность при работе с растворами щелочи и кислоты!



2.

Добавьте в ту же склянку пипеткой-капельницей 4–5 капель раствора солянокислого гидроксиламина (около 0,2 мл). Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



3.

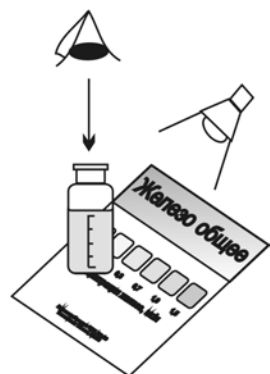
Добавьте разными пипетками поочередно 1,0 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 мл раствора орто-фенантролина. После каждого прибавления склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



0 мин.

4.

Раствор в склянке оставьте на 20 мин. для полного развития окраски.



5.

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



6.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны 502 нм относительно холостой пробы. Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-01-190-09, рассчитайте массовую концентрацию железа общего в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации

железа общего автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа при определении общего железа может быть выполнен путем анализа специально приготовленного раствора соли Мора $\text{FeSO}_4 \times (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \times 6\text{H}_2\text{O}$ или ГСО по иону Fe^{2+} .

6.8. Жесткость общая, кальций и магний

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

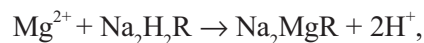
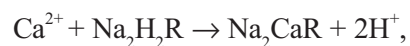
Ввиду того, что солями жесткости являются соли разных катионов, имеющие разную молекулярную массу, концентрация солей жесткости, или жесткость воды, измеряется в единицах эквивалентной концентрации, т.е. количеством моль/л или ммоль/л. С 2003 г. в Российской Федерации жесткость воды обозначается как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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

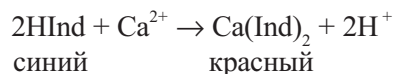
6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



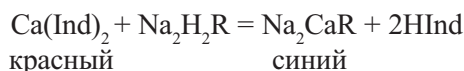
где R — радикал этилендиаминтетрауксусной кислоты —
 $(^-\text{OCCCH}_2)_2\text{NCH}_2\text{CH}_2\text{N}(\text{CH}_2\text{CO}^-)_2$

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

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



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



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

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

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

Диапазон измеряемых величин общей жесткости — от 0,5 до 10 °Ж и более. При общей жесткости более 10 °Ж необходимо проводить разбавление пробы дистиллированной водой. Объем пробы, необходимой для анализа, составляет для указанного диапазона концентраций 10 мл, но может быть увеличен до 250 мл при

анализе растворов с пониженной величиной общей жесткости. Метод достаточно точен: абсолютная погрешность определения общей жесткости при объеме пробы 10 мл не превышает 0,5 °Ж, при объеме пробы 250 мл — 0,05 °Ж.

Метод определения массовой концентрации катиона кальция (РД 52.24.403-95, ИСО 6059) аналогичен методу определения общей жесткости с реактивом трилоном Б с той разницей, что анализ проводится в сильнощелочной среде (рН 12–13) в присутствии индикатора мурексида. Диапазон измеряемых концентраций кальция составляет от 2 до 500 мг/л при объеме пробы 10 мл. Молярную концентрацию эквивалента кальция рассчитывают по результатам титрования по такой же формуле, что приведена для расчета общей жесткости. Определению кальция мешают карбонаты и диоксид углерода, удаляемые из пробы при ее подкислении.

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

ОТБОР ПРОБ

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

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

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

А. Определение общей жесткости, капельное титрование

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Склянка для титрования с пробкой, пипетка-капельница полимерная.

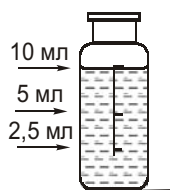
Раствор титранта.

Контрольная шкала образцов окраски начала и окончания титрования.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

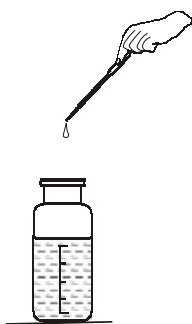
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

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

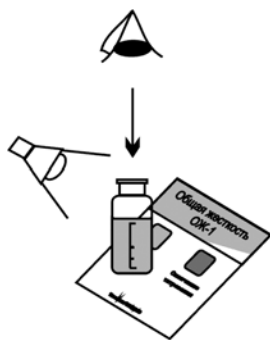
- для мягкой воды (1,5–3,0 °Ж) — до метки «10 мл»;
- для воды средней жесткости (3,0–6,0 °Ж) и жесткой (6,0–10,0 °Ж) — до метки «5 мл»;
- для очень жесткой воды (более 10,0 °Ж) — до метки «2,5 мл».



2.

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

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



3.

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

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

4.

Рассчитайте величину общей жесткости воды в пробе $C_{ож}$ в °Ж (ммоль/л эквивалента) в зависимости от объема пробы (V_p) и количества капель израсходованного раствора титранта (N), используя данные табл. 7.

Таблица 7

Данные для расчета общей жесткости

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

Примечание. Данные в табл. 7 приведены из условия, что 1 капля раствора титранта эквивалентна 1°Ж при титровании пробы объемом 5 мл.

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

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

***В. Определение общей жесткости,
объемное титрование***

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

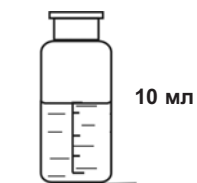
Пипетка-капельница полимерная, пипетка градуированная для титрования с соединительной трубкой и шприцем-дозатором, склянка с меткой «10 мл».

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой.

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

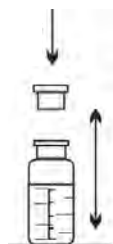
Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



2.

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



3.

Герметично закройте склянку пробкой и встряхните для перемешивания.



4.

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

Примечание. После изменения окраски пробу необходимо выдержать еще 0,5 мин. для полного протекания реакции, после чего принять решение об окончании титрования. В случае, если окраска раствора несколько восстановится, необходимо добавить еще некоторое количество раствора трилона Б.

5.

Рассчитайте значение общей жесткости ($C_{ож}$) в °Ж (ммоль/л эквивалента) по формуле:

$$C_{ож} = \frac{V_{ож} \times H \times 1000}{V_A} = V_{ож} \times 5,$$

где $V_{ож}$ — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;
 H — концентрация титрованного раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.;
 V_A — объем воды, взятой на анализ, 10 мл;
1000 — коэффициент пересчета единиц измерения из моль в ммоль.

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

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

С. Определение кальция**ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ**

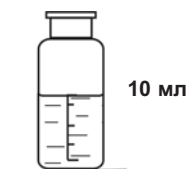
Пипетка-капельница полимерная на 1 мл, пипетка градуированная для титрования с соединительной трубкой и шприцем-дозатором, палочка стеклянная, склянка с меткой «10 мл».

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



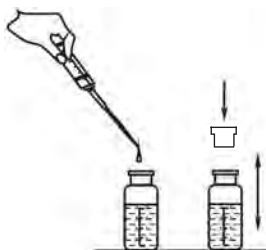
2.

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



3.

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



4.

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

Примечание. После изменения окраски пробу необходимо выдержать еще 0,5 мин. для полного протекания реакции, после чего принять решение об окончании титрования. В случае, если окраска раствора несколько восстановится, необходимо добавить еще некоторое количество раствора трилона Б.

5.

Рассчитайте молярную концентрацию эквивалента кальция ($C_{КА}$) в ммоль/л по формуле:

$$C_{КА} = \frac{V_{КА} \times H \times 1000}{V_{П}} = V_{КА} \times 5,$$

где $V_{КА}$ — объем раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;
 H — концентрация титрованного раствора трилона Б, 0,05 моль/л экв.;
 $V_{П}$ — объем пробы воды, взятой на анализ, 10 мл;
 1000 — коэффициент пересчета единиц измерения из моль в ммоль.

Массовая концентрация катиона кальция может быть рассчитана умножением полученного значения $C_{КА}$ на молярную массу эквивалента кальция (20,04 г/моль).

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

D. Определение магния

Массовую концентрацию катиона магния ($C_{МГ}$) в мг/л определите расчетным методом, произведя вычисления по формуле:

$$C_{МГ} = (C_{ОЖ} - C_{КА}) \times 24,3,$$

где $C_{ОЖ}$ и $C_{КА}$ — результаты определения общей жесткости и молярной концентрации эквивалента катиона кальция соответственно;
 24,3 — молярная масса магния.

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

6.9. Запах

Запах воды обусловлен наличием в ней летучих пахнущих веществ. Практически все органические вещества (в особенности жидкие) имеют запах и передают его воде. Запах может быть придан воде живущими и отмершими организмами, растительными остатками, почвами, специфическими веществами, выделяемыми некоторыми водорослями и микроорганизмами, а также присутствием в воде растворенных газов — хлора, аммиака, сероводорода, меркаптанов или органических и хлорорганических загрязнений. Различают *природные*

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

(естественные) *запахи*: ароматический, болотный, гнилостный, древесный, землистый, плесневый, рыбный, травянистый, неопределенный, сероводородный и т.п. *Запахи искусственного происхождения* называют по веществам, ассоциации с которыми он вызывает: фенольный, хлорфенольный, нефтяной, смолистый и так далее. Такие запахи обычно значительно изменяются при обработке воды.

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

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

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

$$N = \frac{V_0}{V_A},$$

где V_0 — суммарный объем воды (с запахом и без запаха);
 V_A — объем анализируемой воды (с запахом), мл.

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

$$C_x = C_0 \times \frac{N_0}{N_x},$$

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

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

Дегустатор описывает запах субъективно, по своим ощущениям, указывая предположительно его происхождение и характеристику (см. табл. 8).

Таблица 8

Описание характера запаха

(нужное подчеркивается или вписывается в незаполненные графы)

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

Для определения интенсивности запаха питьевой воды используйте 5-балльную шкалу, приведенную в табл. 9 (ГОСТ 3351).

Таблица 9

Определение интенсивности запаха

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ОТБОР ПРОБ

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

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

ОБОРУДОВАНИЕ

Колба на 250–500 мл с пробкой.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

1.

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

2.

Взболтайте содержимое колбы вращательным движением руки.



3.

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

4.

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

6.10. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность

Карбонаты и гидрокарбонаты составляют основу карбонатной системы природных вод (см п. 6.6 «Диоксид углерода»). Их содержание в воде обусловлено процессами растворения атмосферного CO_2 , взаимодействия воды с находящимися в прилегающих грунтах известняками и, конечно, протекающими в воде жизненными процессами всех водных организмов. Именно карбонаты и гидрокарбонаты представляют собой компоненты, определяющие для природных вод такой показатель, как щелочность. *Щелочностью* считается способность взаимодействовать с водородными ионами сильной кислоты, выражаемая количеством кислоты, потребленной при титровании. Расход кислоты на титрование всех потребляющих водородные ионы анионов пропорционален их общему содержанию в воде и выражает общую щелочность воды.

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

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

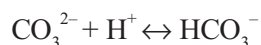
Метод определения карбонат- и гидрокарбонат-ионов является титриметрическим (ГОСТ Р 52963, ПНД Ф 14.1:2.245-07, РД 52.24.493-2008) при уменьшенном количестве отбираемой пробы и пригоден для анализа питьевой, природной, минеральной лечебно-столовой и т.п. вод, а также почвенных вытяжек.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

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

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

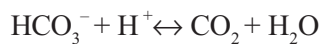
Определение *карбонат-ионов* основано на реакции:



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



Определение *гидрокарбонат-ионов* проводится в интервале значений рН свыше 4,5 и основано на реакции:



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

6.10. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность

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

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

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

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

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

ОСОБЕННОСТИ АНАЛИТИЧЕСКОГО ОПРЕДЕЛЕНИЯ КАРБОНАТОВ

В результате титрования карбоната и гидрокарбоната для расчета значений свободной и общей щелочности необходимо определить общее количество кислоты, израсходованной на титрование карбоната (V_K) и гидрокарбоната ($V_{ГК}$) в миллилитрах. Следует иметь в виду, что при определении потребления кислоты на титрование по смешанному индикатору (V_{CM}) происходит последовательное титрование и карбонатов (в количестве 1/2 от исходного содержания), и гидрокарбонатов. По этой причине получаемый объем кислоты V_{CM} содержит соответствующую долю, обусловленную присутствием в исходной пробе карбонатов, перешедших после реакции с катионом водорода в гидрокарбонаты, и не характеризует полностью концентрацию гидрокарбонатов в исходной пробе. Следовательно, при расчете концентраций основных ионных форм, обуславливающих потребление кислоты, необходимо учесть относительное потребление кислоты при титровании по фенолфталеину (V_ϕ) и смешанному индикатору (V_{CM}). Рассмотрим несколько возможных вариантов, сопоставляя величины V_ϕ и V_{CM} , и имея в виду не только природные воды, но и сточные, где возможно присутствие сильных щелочей.

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

2. $V_{\phi} \neq 0$, причем $2V_{\phi} < V_{CM}$. В исходной пробе отсутствуют гидроксил-анионы, но присутствуют и гидрокарбонаты, и карбонаты, причем доля потребления кислоты на титрование эквивалентно оценивается: на титрование карбонатов — как $V_K = 2V_{\phi}$, а гидрокарбонатов — как $V_{ГК} = V_{CM} - 2V_{\phi}$.
3. $2V_{\phi} = V_{CM}$. Гидрокарбонаты в исходной пробе отсутствуют, а потребление кислоты обусловлено присутствием только карбонатов, которые количественно переходят в гидрокарбонаты. Именно этим объясняется удвоенное, по сравнению с V_{ϕ} , потребление кислоты V_{CM} .
4. $2V_{\phi} > V_{CM}$. В данном случае в исходной пробе гидрокарбонаты отсутствуют, но присутствуют не только карбонаты, но и другие потребляющие кислоту анионы, а именно — гидроксил-ионы. При этом потребление кислоты на титрование последних эквивалентно $V_{OH} = 2V_{\phi} - V_{CM}$. Потребление кислоты на титрование карбонатов (V_K , мл) можно рассчитать, составив и решив систему уравнений:

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

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

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

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

- 1) сильные щелочи (KOH, NaOH) и летучие основания (например, NH_4OH), а также анионы, обуславливающие высокую щелочность в результате гидролиза в водном растворе и $\text{pH} > 8,4$ (S^{2-} , PO_4^{3-} , SiO_3^{2-} и др.);
- 2) слабые основания и анионы летучих и нелетучих слабых кислот (HPO_4^{2-} , CH_3COO^- , SH^- , анионы гуминовых кислот и др.).

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

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

6.10. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

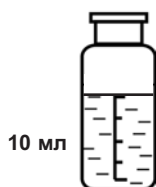
Для отбора проб при определении карбонатов и щелочности используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 1 суток при условии их охлаждения до 2–5 °С.

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

Подробнее отбор и подготовка проб см. раздел 5.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

А. Титрование карбонат-иона (определение свободной щелочности)

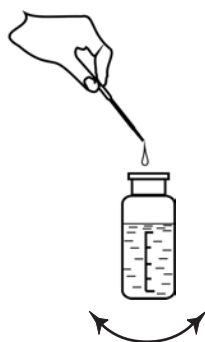


1.

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



2.

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

Примечание.

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



3.

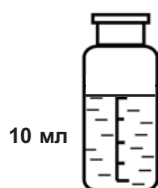
Постепенно титруйте пробу на белом фоне с помощью градуированной пипетки со шприцем-дозатором раствором соляной кислоты до обесцвечивания, и определите объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по фенолфталеину (V_{ϕ} , мл).



В процессе добавления раствора соляной кислоты перемешивайте пробу круговыми покачиваниями.

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

Б. Титрование гидрокарбонат-иона (определение общей щелочности)



4.

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



5.

Добавьте пипеткой 1 каплю раствора смешанного индикатора.

Раствор перемешайте круговыми покачиваниями.

**6.**

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



В процессе добавления раствора титранта перемешивайте пробу круговыми покачиваниями.

Определите объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование по смешанному индикатору (V_{CM} , мл). При использовании раствора после титрования карбонат-иона значением V_{CM} необходимо считать суммарный объем раствора соляной кислоты, израсходованный на титрование карбоната и гидрокарбоната (т.е. с учетом V_{ϕ} , мл).

С. Расчет щелочности

Значение свободной щелочности ($Щ_{CB}$) и общей щелочности ($Щ_O$) в ммоль/л эквивалента рассчитайте по формулам:

$$Щ_{CB} = \frac{V_{\phi} \times H \times 1000}{V_A} = V_{\phi} \times 5,$$

$$Щ_O = \frac{V_{CM} \times H \times 1000}{V_A} = V_{CM} \times 5,$$

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

Примечание. При определении щелочности путем последовательного титрования одной пробы значение V_{CM} включает значение V_{ϕ} .

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

D. Расчет массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов

Для определения массовой концентрации карбонат- и гидрокарбонат-ионов используйте значения свободной щелочности (Щ_{CB}), ммоль/л, и общей щелочности (Щ_{O}), ммоль/л, рассчитанные по п. 6.10 С, применяя соотношения между свободной и общей щелочностью, приведенные в табл. 10 (ГОСТ 52963–2008).

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

Таблица 10

Соотношение между свободной и общей щелочностью	Молярная концентрация гидрокарбонатов $C_{\text{ГК}}$, ммоль/л	Молярная концентрация карбонатов $C_{\text{К}}$, ммоль/л
$\text{Щ}_{\text{CB}} = 0$	Щ_{O}	0
$2\text{Щ}_{\text{CB}} < \text{Щ}_{\text{O}}$	$\text{Щ}_{\text{O}} - 2\text{Щ}_{\text{CB}}$	Щ_{CB}
$2\text{Щ}_{\text{CB}} = \text{Щ}_{\text{O}}$	0	Щ_{CB}
$2\text{Щ}_{\text{CB}} > \text{Щ}_{\text{O}}$	0	$\text{Щ}_{\text{O}} - \text{Щ}_{\text{CB}}$
$\text{Щ}_{\text{CB}} = \text{Щ}_{\text{O}}$	0	0

Массовую концентрацию гидрокарбонатов ($C_{\text{ГК.масс}}$), мг/л, и карбонатов ($C_{\text{К.масс}}$), мг/л в анализируемой пробе воды, рассчитывайте по формулам:

$$C_{\text{ГК.масс}} = C_{\text{ГК}} \times 61,$$

$$C_{\text{К.масс}} = C_{\text{К}} \times 60,$$

где $C_{\text{ГК}}$ и $C_{\text{К}}$ — молярная концентрация гидрокарбонатов и карбонатов соответственно, определенная по табл. 9, ммоль/л;
61 и 60 — молярная масса эквивалента гидрокарбонат- и карбонат-иона соответственно в реакциях титрования, г/моль.

Полученные результаты округлите до целых чисел.

6.10. Карбонаты, гидрокарбонаты, карбонатная жесткость и щелочность

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

$$Щ_{CB} = 0,3 \times 5 = 1,5 \text{ ммоль/л}, \quad Щ_{O} = 2,5 \times 5 = 12,5 \text{ ммоль/л}.$$

Далее по табл. 9 определяем для случая $2Щ_{CB} < Щ_{O}$:

$$C_{ГК} = Щ_{O} - 2 Щ_{CB} = 9,5 \text{ ммоль/л}, \quad C_{ГК\text{ масс}} = 9,5 \times 61 = 579,5 \approx 580 \text{ мг/л}.$$

$$C_K = Щ_{CB} = 1,5 \text{ ммоль/л}, \quad C_{K\text{ масс}} = 1,5 \times 60 = 90 \text{ мг/л}.$$

Е. Расчет карбонатной жесткости

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

$$Ж_K = C_K + C_{ГК},$$

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

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

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

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.11. Кислород растворенный

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

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

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

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

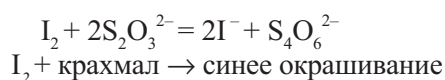


Таким образом производится фиксация, т.е. количественное связывание, кислорода в пробе. Фиксация РК, являющегося неустойчивым компонентом в составе воды, должна быть проведена *сразу после отбора пробы*.

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



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



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

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

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

Влияние **нитритов**, которые часто встречаются в природных и сточных водах, устраняют добавлением раствора сульфаминовой кислоты, обычно предусмотренного в измерительных комплектах производства ЗАО «Крисмас+».

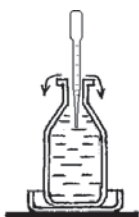
Определение РК является частью анализа при определении другого важнейшего показателя качества воды — биохимического потребления кислорода (БПК), см. п. 6.3.

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

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ОСОБЕННОСТИ ОПЕРАЦИЙ ПРИ РАБОТЕ С КИСЛОРОДНЫМИ СКЛЯНКАМИ



Погружение в кислородную склянку пипетки с фиксирующим раствором осуществляйте на глубину 2–3 см, как показано на рисунке. По мере выливания раствора поднимайте пипетку вверх, фиксируя вводимый объем по изменению уровня заполнения пипетки. Излишек жидкости из склянки при этом стекает через край на подставленную чашку Петри.



После введения раствора из пипетки склянку слегка наклоните и быстро закройте пробкой. Излишек жидкости стекает через край.



В склянке не должно остаться пузырьков воздуха.
Склянка не должна оставаться открытой.



Содержимое склянки перемешивайте встряхиванием помещенной внутрь мешалки.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка, колба коническая на 250 мл, мешалка стеклянная (4 шт.), пипетка градуированная для титрования на 10 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (7 шт.) и на 3 мл, пробирка градуированная с пробкой, склянки кислородные калиброванные (объем около 130 мл) с пробками (3 шт.), стойка-штатив, термометр с ценой деления не более 0,5°C, трубка пластиковая гибкая (сифон), цилиндр мерный на 25 мл, чашка Петри.

Барометр любого типа, мерная колба на 100 мл, плитка электрическая (в состав изделия не входят).

Крахмал растворимый (в капсулах по 0,25 г), раствор йодида калия щелочной, раствор крахмала стабилизированный, раствор серной кислоты (1:2), раствор соли марганца, раствор тиосульфата натрия стабилизированный (0,1 моль/л эквивалента), раствор тиосульфата натрия стабилизированный (0,02 моль/л эквивалента).

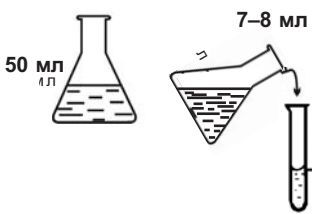
Примечание. Раствор крахмала стабилизированный имеет срок годности на более 1 мес. По истечении этого срока необходимо приготовить свежий раствор.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу включает приготовление растворов, неустойчивых при хранении и расходуемых в ходе анализа — растворов крахмала и тиосульфата натрия.

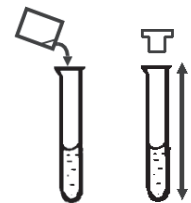
Приготовление раствора крахмала



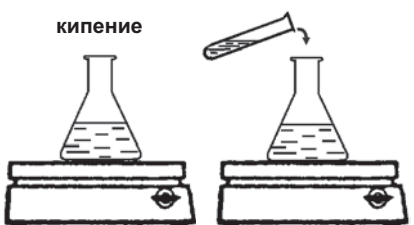
50 мл
4 л

7–8 мл

1. В коническую колбу поместите 50 мл дистиллированной воды. Из колбы перелейте 7–8 мл воды в пробирку.



2. В пробирку полностью перенесите содержимое капсулы с крахмалом. Пробирку закройте пробкой, содержимое взболтайте для образования суспензии крахмала.



кипение

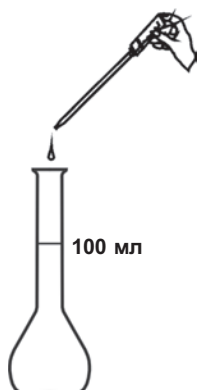
3. Коническую колбу с оставшимся объемом воды поставьте на плитку с закрытой спиралью и доведите воду до кипения. В кипящую воду полностью перенесите суспензию из пробирки. Смесь доведите до кипения.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Раствор крахмала охладите и храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке. Раствор устойчив в течение 4–5 дней. Раствор крахмала после его охлаждения можно стабилизировать добавлением 2–3 капель хлороформа. Срок годности стабилизированного раствора крахмала — 1 мес. при хранении при комнатной температуре и 4 мес. — при хранении в холодильнике (2–5°C).

Рекомендуется приготовление свежего раствора крахмала накануне выполнения определений.

Приготовление раствора тиосульфата натрия (0,02 моль/л эквивалента)



Отберите градуированной пипеткой 20,0 мл раствора тиосульфата натрия (0,1 моль/л эквивалента), поместите в мерную колбу вместимостью 100 мл, доведите объем раствора до метки дистиллированной водой, перемешайте раствор.

Раствор храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке.

Срок годности раствора — 3 мес.

ОТБОР ПРОБЫ

Отбор проб при анализе на содержание РК имеет ряд особенностей.

Для отбора проб на РК используются емкости из полимерного материала или стекла вместимостью не менее 1 л. Отбор проб с заданной глубины проводят с использованием батометра. Из поверхностных горизонтов допускается отбор проб непосредственно в кислородные склянки.

Если отбирается общая проба воды для анализов по разным компонентам, то проба для определения РК должна быть первой, взятой для дальнейшей обработки.

Водой из отобранной пробы ополаскивают 2–3 раза чистые калиброванные склянки из состава изделия или (если требуется специальная подготовка проб, например отстаивание) стеклянные бутылки.



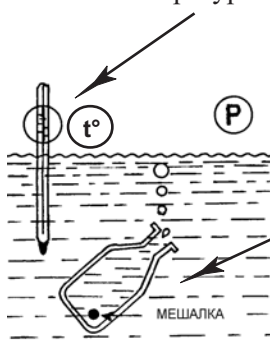
Наполнение кислородных склянок из батометра или бутылки осуществляйте сифоном через резиновую трубку, опущенную до дна склянки. После заполнения кислородной склянки до горлышка продолжайте ее наполнение до тех пор, пока не выльется вода, соприкасавшаяся с находившимся в склянке воздухом, и еще один объем склянки. Трубку вынимайте из склянки, не прекращая тока воды из батометра. Аналогично проводите заполнение склянки из бутылки с анализируемой водой.



При наполнении кислородной склянки водой на стенках не должно оставаться пузырьков воздуха.

Отбор пробы непосредственно на водоеме выполняйте следующим образом.

- Измерьте и зафиксируйте значение температуры и атмосферного давления.



(Точное измерение температуры и атмосферного давления необходимы для расчета степени насыщения пробы кислородом.)

- Отберите пробу воды в склянку с мешалкой, заполняя водой весь объем склянки.



- Закройте склянку пробкой.

Примечания.

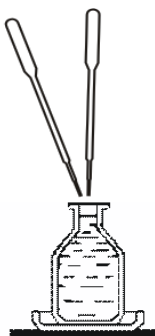
- В склянке не должно остаться пузырьков воздуха.
- Сразу после заполнения склянки проведите фиксацию кислорода, как описано ниже.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ПРОВЕДЕНИЕ АНАЛИЗА



При введении растворов в кислородную склянку соблюдайте правила, изложенные в рубрике «Особенности операций при работе с кислородными склянками» (стр. 124).



1.

Заполните кислородную склянку пробой воды. Проведите фиксацию кислорода в пробе. Для этого введите в склянку разными пипетками 1 мл раствора соли марганца, затем 1 мл раствора йодида калия.



Слегка наклоните склянку, закройте пробкой. Излишек жидкости стечет через край. Следите, чтобы в склянке не осталось пузырьков воздуха. Склянка не должна оставаться открытой.

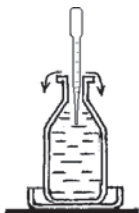


2.

Перемешайте содержимое склянки с помощью имеющейся внутри мешалки, держа склянку в руке. Дайте отстояться образующемуся осадку не менее 10 мин.

Примечание.

Склянку с фиксированной пробой можно хранить в затемненном месте не более 1 суток.

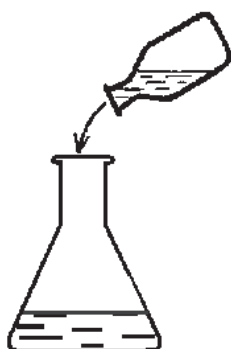


3.

Проведите растворение осадка. Погружая пипетку в склянку, введите 2 мл раствора серной кислоты (осадок не взмучивать). Пипетку вынимайте медленно по мере ее опорожнения.

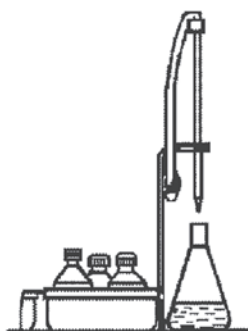
**4.**

Склянку закройте пробкой и содержимое перемешайте до растворения осадка.

**5.**

Содержимое склянки полностью перенесите в коническую колбу на 250 мл.

Примечание. Можно проводить титрование части пробы. В этом варианте из кислородной склянки в колбу для титрования перенесите цилиндром 50 мл обработанной пробы с растворенным осадком. В данном случае из одной фиксированной пробы можно получить несколько параллельных результатов измерений, однако это приводит к некоторому снижению точности анализа. Дальнейшие операции проводите, как описано ниже, для обработки полной пробы.

**6.**

Проведите титрование пробы. Для этого заполните градуированную пипетку, закрепленную в штативе, раствором тиосульфата натрия (0,02 моль/л эквивалента) и титруйте пробу на белом фоне до слабо-желтой окраски. Затем добавьте пипеткой 1 мл раствора крахмала (раствор в колбе синее) и продолжайте титровать до полного обесцвечивания.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



7.

Определите общий объем раствора тиосульфата, израсходованный на титрование (как до, так и после добавления раствора крахмала): $V_{TC} = V_O - V_K$.

ВЫЧИСЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ АНАЛИЗА

А. Расчет массовой концентрации кислорода

При титровании всей пробы концентрацию РК в воде (C_{PK} , мг/л) рассчитайте по формуле:

$$C_{PK} = \frac{V_{TC} \times N_{TC} \times 8 \times 1000}{V_{\Pi}} = \frac{V_{TC} \times 160}{V_{\Pi}}$$

При титровании части пробы (50 мл) концентрацию РК в воде (C_{PK} , мг/л) рассчитайте по формуле:

$$C_{PK} = \frac{V_{TC} \times N_{TC} \times 8 \times 1000}{50} = V_{TC} \times 3,2,$$

где V_{TC} — общий объем раствора тиосульфата, израсходованного на титрование, мл;

N_{TC} — концентрация раствора тиосульфата натрия, 0,02 моль/л эквивалента;

8 — молярная масса эквивалента кислорода, г/моль;

1000 — коэффициент пересчета единиц измерения, из граммов в миллиграммы;

V_{Π} — объем анализируемой пробы (объем калиброванной кислородной склянки, приведенный в паспорте на изделие), мл.

Примечание. В данном расчете принимается, что потери растворенного кислорода в фиксированной форме при сливе излишков жидкости из склянки и при выполнении других операций много меньше результата измерений (пренебрежимо малы).

В. Расчет степени насыщения воды кислородом

Степень насыщения воды кислородом (R , %) рассчитайте по формуле:

$$R = \frac{C_{PK} \times 100 \times 760}{C_P \times P},$$

где: 100 — коэффициент пересчета единиц измерения из мг/л в %;

760 — нормальное атмосферное давление, мм рт.ст.;

C_P — величина равновесной концентрации кислорода в воде при температуре отбора пробы, определенная по табл. 11.

P — фактическая величина атмосферного давления в момент отбора пробы, мм рт. ст.

Примечание. При отсутствии данных об атмосферном давлении в момент отбора допускается его принимать равным нормальному (т.е. 760 мм рт. ст.).

Пример расчета содержания кислорода в воде

1. При титровании пробы из кислородной склянки объемом 102,5 мл израсходовано 4,7 мл раствора тиосульфата натрия (0,02 моль/л эквивалента). Концентрация растворенного кислорода в воде составит:

$$C_{PK} = \frac{4,7 \times 160}{102,5} = 7,34 \text{ мг/л}$$

2. При титровании части пробы из кислородной склянки (50 мл) израсходовано 2,3 мл раствора тиосульфата натрия (0,02 моль/л эквивалента). Концентрация растворенного кислорода составит:

$$C_{PK} = 2,3 \times 3,2 = 7,36 \text{ мг/л.}$$

Пример расчета степени насыщения воды кислородом

Для анализа была отобрана проба воды при температуре 16 °С и атмосферном давлении $P = 735$ мм рт. ст. Определили концентрацию кислорода в воде: $C_{PK} = 7,34$ мг/л. По табл. 11 нашли значение равновесной концентрации кислорода при $t = 16$ °С: $C_P = 9,82$ мг/л. Степень насыщения составляет:

$$R = \frac{7,34 \times 100 \times 760}{9,82 \times 735} = 77,3 \%$$

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Таблица 11

Зависимость равновесной концентрации кислорода в воде от температуры
при атмосферном давлении 760 мм рт. ст.

Темпе- ратура °C	Равновесная концентрация растворенного кислорода (в мг/л) при изменении температуры на десятые доли °C (C_p)									
	0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,65	14,61	14,57	14,53	14,49	14,45	14,41	14,37	14,33	14,29
1	14,25	14,21	14,17	14,13	14,09	14,05	14,02	13,98	13,94	13,90
2	13,86	13,82	13,79	13,75	13,71	13,68	13,64	13,60	13,56	13,53
3	13,49	13,46	13,42	13,38	13,35	13,31	13,28	13,24	13,20	13,17
4	13,13	13,10	13,06	13,03	13,00	12,96	12,93	12,89	12,86	12,82
5	12,79	12,76	12,72	12,69	12,66	12,52	12,59	12,56	12,53	12,49
6	12,46	12,43	12,40	12,36	12,33	12,30	12,27	12,24	12,21	12,18
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,78	11,75	11,72	11,70	11,67	11,64	11,61	11,58
9	11,55	11,52	11,49	11,47	11,44	11,41	11,38	11,35	11,33	11,30
10	11,27	11,24	11,22	11,19	11,16	11,14	11,11	11,08	11,06	11,03
11	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,87	10,85	11,82	10,80	10,77
12	10,75	10,72	10,70	10,67	10,65	10,62	10,60	10,57	10,55	10,52
13	10,50	10,48	10,45	10,43	10,40	10,38	10,36	10,33	10,31	10,28
14	10,26	10,24	10,22	10,19	10,17	10,15	10,12	10,10	10,08	10,06
15	10,03	10,01	9,99	9,97	9,95	9,92	9,90	9,88	9,86	9,84
16	9,82	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69	9,67	9,65	9,63
17	9,61	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,48	9,46	9,44	9,42
18	9,40	9,38	9,36	9,34	9,32	9,30	9,29	9,27	9,25	9,23
19	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,12	9,10	9,08	9,06	9,04
20	9,02	9,00	8,98	8,97	8,95	8,93	8,91	9,90	8,88	8,86
21	8,84	8,82	8,81	8,79	8,77	8,75	8,74	8,72	8,70	8,68
22	8,67	8,65	8,63	8,62	8,60	8,58	8,56	8,55	8,53	8,52
23	8,50	8,48	8,46	8,45	8,43	8,42	8,40	8,38	8,37	8,35
24	8,33	8,32	8,30	8,29	8,27	8,25	8,24	8,22	8,21	8,19
25	8,18	8,16	8,14	8,13	8,11	8,11	8,08	8,07	8,05	8,04
26	8,02	8,01	7,99	7,98	7,96	7,95	7,93	7,92	7,90	7,89
27	7,87	7,86	7,84	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,75	7,74
28	7,72	7,71	7,69	7,68	7,66	7,65	7,64	7,62	7,61	7,59
29	7,58	7,56	7,55	7,54	7,52	7,51	7,49	7,48	7,47	7,45
30	7,44	7,42	7,41	7,40	7,38	7,37	7,35	7,34	7,32	7,31

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении кислорода можно проводить путем анализа пробы, концентрация РК в которой определена с использованием образцового оксиметра.

6.12. Кислотность

Кислотность воды обусловлена содержанием в воде веществ, реагирующих с гидроксид-ионами. К таким соединениям относятся:

- 1) сильные кислоты: соляная (HCl), азотная (HNO_3), серная (H_2SO_4);
- 2) слабые кислоты: уксусная (CH_3COOH); сернистая (H_2SO_3); угольная (H_2CO_3); сероводородная (H_2S) и т.п.;
- 3) катионы слабых оснований: аммоний (NH_4^+); катионы органических аммонийных соединений.

Кислотность пробы воды измеряется в *моль/л* эквивалента или *ммоль/л* эквивалента и определяется количеством сильной щелочи (обычно используют растворы KOH или NaOH с концентрацией 0,01 или 0,1 моль/л), израсходованной на нейтрализацию раствора. Различают свободную и общую кислотность.

Свободная кислотность определяется при титровании до значений pH 4,3–4,5 в присутствии в качестве индикатора метилового оранжевого. В этом диапазоне оттитровываются HCl , HNO_3 , H_2SO_4 , H_3PO_4 .

Общая кислотность определяется при титровании до значений pH 8,1–8,3 в присутствии фенолфталеина в качестве индикатора. В этом диапазоне оттитровываются слабые кислоты — органические, угольная, сероводородная, катионы слабых оснований. Если у воды $\text{pH} > 8,3$, то общая кислотность равна 0.

В обычных природных водах кислотность в большинстве случаев зависит только от содержания растворенного диоксида углерода. Естественную составляющую кислотности создают также гуминовые и другие слабые органические кислоты и катионы слабых оснований (ионы аммония, железа, алюминия, органических оснований). В этих случаях pH воды не бывает ниже 4,5. Загрязнения, придающие воде повышенную кислотность, возникают при кислотных дождях, при попадании в водоемы не прошедших нейтрализацию сточных вод промышленных предприятий и др.

Кислотность определяют практически только для загрязненных поверхностных, технологических либо сточных вод.

Наряду с показателем кислотности для воды существует показатель щелочности (см. п. 6.10).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения общей кислотности является титриметрическим и применяется для анализа питьевой, природной и нормативно-очищенной сточной воды. Определение основано на титровании анализируемой воды раствором гидроксида натрия известной концентрации в присутствии индикатора фенолфталеина. Общая кислотность анализируемой воды определяется количеством титрованного раствора, израсходованного на титрование до pH 8,1–8,3.

Визуальному определению окончания титрования мешают окраска и мутность пробы. Объем пробы, необходимый для анализа, составляет 50 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 10 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Колба коническая на 100 мл с меткой «50 мл», пипетка градуированная для титрования со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная, цилиндр мерный на 50 мл (в состав некоторых изделий не входит).

Водно-спиртовой раствор фенолфталеина, раствор гидроксида натрия (0,1 моль/л), стандарт-титр гидроксида натрия 0,1 моль/л.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

**Свежий
раствор
гидроокиси
натрия
из стандарт-
титра**

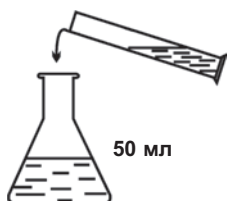
Подготовка к проведению анализа состоит в приготовлении раствора гидроокиси натрия и проводится при его израсходовании либо истечении срока годности. Свежий раствор гидроксида натрия приготовьте из стандарт-титра согласно инструкции, прилагаемой к стандарт-титру. Свежеприготовленный раствор храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке. Срок годности раствора гидроксида натрия — 3 мес. при условии хранения в герметичном полиэтиленовом флаконе.

ОТБОР ПРОБЫ

Для отбора проб при определении кислотности используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб (особенно для проб с высокой концентрацией растворенных газов). Допускается хранение проб в течение не более 1 суток при условии их охлаждения до 2–5 °С.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

**1.**

Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой.

Налейте в колбу пробу воды до метки «50 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью мерного цилиндра.

**2.**

Добавьте в колбу пипеткой-капельницей 1–2 капли раствора фенолфталеина. Содержимое колбы перемешайте.

3.

Соедините пипетку для титрования со шприцом-дозатором соединительной трубкой. С помощью шприца наберите в пипетку раствор гидроксида натрия.

**4.**

Постепенно, по каплям, титруйте содержимое колбы на белом фоне раствором гидроксида натрия до появления розовой окраски. Титрование считайте законченным, если бледно-розовая окраска раствора остается без изменения 30 сек. Определите объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование (V).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

5.

Рассчитайте общую кислотность воды (K_O) в ммоль/л по формуле:

$$K_O = \frac{V \times 0,1 \times 1000}{V_{\Pi}} = 2 \times V,$$

где V — объем раствора гидроксида натрия, израсходованного на титрование, мл;

0,1 — концентрация гидроксида натрия, используемого при титровании, моль/л;

1000 — коэффициент пресчета единиц измерения из моль в ммоль;

V_{Π} — объем пробы, взятой для анализа, 50 мл.

Пример. На титрование 50 мл анализируемой воды израсходовано 0,4 мл раствора гидроксида натрия (0,1 моль/л). Рассчитываем общую кислотность воды:

$$K_O = 2 \times 0,4 = 0,8 \text{ ммоль/л}$$

6.13. Металлы, сумма

Сведения о повышенной концентрации в воде металлов, как правило, содержат данные о ее загрязнении *тяжелыми металлами*. Тяжелыми следует считать металлы с плотностью более 8 г/см³ (Н. Реймерс). Однако данному определению соответствует большое количество элементов, в частности, более 40 элементов периодической системы Д.И. Менделеева с атомной массой свыше 50 атомных единиц: V, Cr, Mn, Fe, Co, Ni, Cu, Zn, Mo, Cd, Sn, Hg, Pb, Bi и др. Важнейшими показателями отнесения того или иного металла к тяжелым являются высокая токсичность соответствующих соединений для живых организмов в относительно низких концентрациях, а также способность элемента к биоаккумуляции. Практически все металлы, относимые к тяжелым, активно участвуют в биологических процессах, входят в состав многих ферментов.

Тяжелые металлы, попадая в воду, могут существовать в виде растворимых токсичных солей и комплексных соединений (иногда очень устойчивых), коллоидных частиц, осадков (свободных металлов, оксидов, гидроксидов и др.). Тяжелые металлы в водоеме вызывают целый ряд негативных последствий: попадая в пищевые цепи и нарушая элементный состав биологических тканей, они оказывают прямое или косвенное токсическое воздействие на водные организмы. По пищевым цепям тяжелые металлы попадают в живые организмы, в том числе в организм человека. В химико-аналитической практике содержание металлов часто оценивают суммарно, причем под суммой металлов подра-

зумевают триаду — цинк, медь и свинец — в виде всех соединений. В указанной триаде цинк и медь являются микроэлементами, свинец — типичным токсикантом.

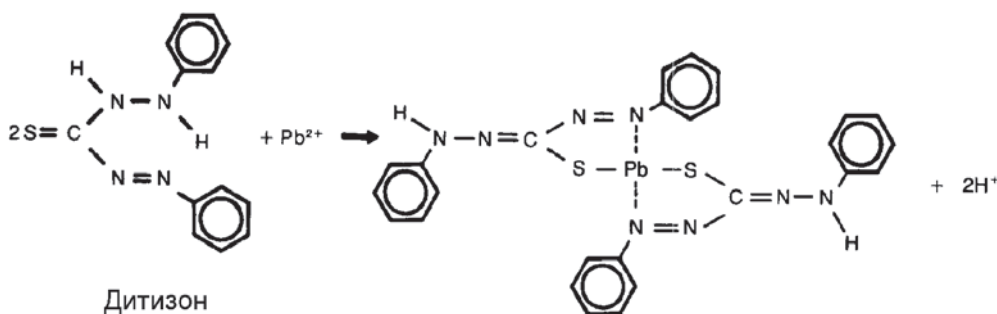
Для воды водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения по рассматриваемым металлам установлены следующие ПДК:

- для меди — 1,0 мг/л, лимитирующий показатель вредности органолептический;
- для цинка — 1,0 мг/л, лимитирующий показатель вредности общесанитарный;
- для свинца — 0,03 мг/л, лимитирующий показатель вредности санитарно-токсикологический.

Ориентировочное предельно допустимое значение содержания в водах суммы металлов (цинка, меди и свинца) составляет 0,001 ммоль/л эквивалента (ГОСТ 24902).

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения суммарного содержания металлов является экстракционно-колориметрическим и унифицирован на основе ГОСТ 18293. Определение основано на групповой реакции катионов металлов, относимых к тяжелым (цинка, меди и свинца), а также некоторых других (с дитизоном), в результате которой образуются окрашенные в оранжево-красный цвет дитизонаты металлов. Реакцию проводят в слабощелочной среде, благодаря чему определяются металлы только в растворенной форме. В случае свинца реакция протекает по следующей схеме:



Металлы в виде дитизонатов концентрируются в воде путем их экстракции четыреххлористым углеродом. Концентрацию суммы металлов определяют визуально-колориметрическим методом, сравнивая окраску раствора с контрольной

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

шкалой образцов окраски. Благодаря процедуре экстракционного концентрирования, данный метод определения суммы металлов является **чрезвычайно чувствительным**, поэтому большое значение для успешного анализа имеет чистота посуды, аккуратность в работе, умение работать с реактивами особой чистоты. Чистота применяемых для определения суммы металлов реактивов, растворов и посуды проверяется проведением холостого опыта, выполняемого аналогично анализу, но с использованием очищенной дистиллированной воды.

Диапазон определяемых концентраций суммы тяжелых металлов в воде — от 0,0001 до 0,001 ммоль/л эквивалента при объеме пробы 25 мл. Контрольная шкала для визуально-колориметрического определения металлов откалибрована для концентраций суммы металлов цинка, меди и свинца в молярных соотношениях 3:1:1 (ммоль/л эквивалента). Продолжительность анализа — не более 30 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка делительная на 50–100 мл с меткой «25 мл», пипетка-капельница полимерная на 1 мл, пипетка градуированная на 2 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, склянки колориметрические (5 шт.).

Раствор аммиака очищенного, раствор буферный боратный очищенный, раствор дитизона в четыреххлористом углероде 0,01%-ный, раствор дитизона в четыреххлористом углероде 0,001%-ный (для обработки посуды), углерод четыреххлористый очищенный.

Контрольная шкала образцов окраски «Металлы» (0; 0,0001; 0,0003; 0,0005; 0,0010 ммоль/л эквивалента).

Примечание. Имеющиеся в составе изделия посуда и реактивы являются специально подготовленными для определения металлов данным методом.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Имеющаяся в составе изделия посуда специально обработана для удаления следов металлов и предназначена для определения металлов данным методом. Имеющиеся в составе изделия реактивы специально подготовлены по ГОСТ 18293. Чистота применяемых для определения суммы металлов реактивов, растворов и посуды может быть проверена проведением холостого опыта, выполняемого аналогично анализу, но с использованием специально очищенной дистиллированной воды, не содержащей металлов. При загрязнении посуды ее необходимо обработать для удаления следов металлов перед выполнением анализов. Для этого в посуду наливают 5–10 мл 0,001%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде, встряхивают в течение 1 мин., дают постоять. Окрашенный раствор с четыреххлористым углеродом утилизируют. Операцию

повторяют до тех пор, пока цвет раствора дитизона не перестает изменяться (цвет должен оставаться зеленым). После этого посуду ополаскивают очищенным четыреххлористым углеродом.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении суммы металлов используются бутылки из полимерного материала или боросиликатного стекла. Для хранения пробу необходимо подкислить до pH менее 2 добавлением 2 мл азотной кислоты на 1 л пробы. Максимально рекомендуемый срок хранения подкисленной пробы — 1 месяц.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

Ополосните делительную воронку несколько раз анализируемой водой и налейте в нее до метки «25 мл» пробу воды.

2.

Добавьте в воронку пипеткой полимерной 1,0 мл раствора буферного боратного и градуированной пипеткой со шприцем-дозатором — 2,0 мл 0,01%-ного раствора дитизона.

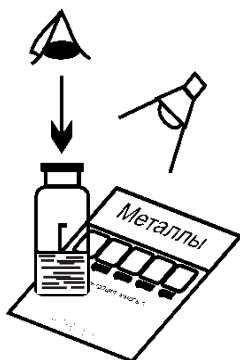
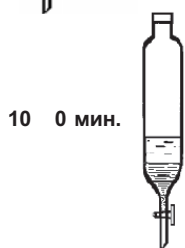
3.

Встряхивайте содержимое делительной воронки в течение 1 мин.

Примечание.

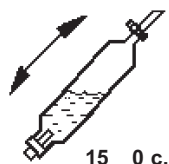
В процессе экстракции периодически сбрасывайте избыточное давление паров четыреххлористого углерода в делительной воронке, для чего располагайте ее вертикально краном вверх и слегка приоткрывайте кран.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



4.

Откройте пробку и внесите в делительную воронку пипеткой-капельницей 2 капли раствора очищенного аммиака, после чего воронку встряхивайте в течение 15–20 с.



5.

Оставьте воронку в вертикальном положении до расслоения жидкости (10–20 мин.).

6.

После расслоения органический (нижний) слой слейте в колориметрическую склянку (около 2 мл).

7.

Проведите колориметрирование пробы. Для этого склянку с экстрактом поместите на белое поле контрольной шкалы образцов окраски и, освещая склянку рассеяным белым светом достаточной интенсивности, определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации суммы металлов в ммоль/л.

Примечание.

Определение можно выполнять и при отсутствии делительной воронки, используя коническую колбу со шлиф-пробкой на 100–150 мл и мерный цилиндр. При этом пробу (25 мл) отбирают мерным цилиндром и переносят в колбу. В ней же проводят обработку

пробы реактивами и экстракцию (при встряхивании содержимого колба должна быть закрыта шлиф-пробкой, а сама пробка удерживается рукой). Избыточное давление в колбе снимают осторожным приоткрыванием пробки. (Избегать потери раствора!) После расслоения жидкостей в колбе верхний (водный) слой осторожно сливают через горловину колбы (можно отбирать верхний слой порциями с помощью пипетки), а нижний (органический) слой вместе с остатками верхнего (водного) переносят в колориметрическую склянку.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении суммы металлов может быть выполнен путем анализа эталонных растворов суммы металлов (смеси цинка, меди и свинца в соотношениях 3:1:1 в моль/л эквивалента) при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.14. Мутность и прозрачность

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

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

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

П р и м е ч а н и е. ЕМФ — единица мутности по формазину (англ. FTU — formazine turbidity unit). 1 ЕМФ = 1 ЕМ/л = 1 FTU.

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

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

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведены два метода определения мутности и прозрачности.

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

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

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

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

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

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

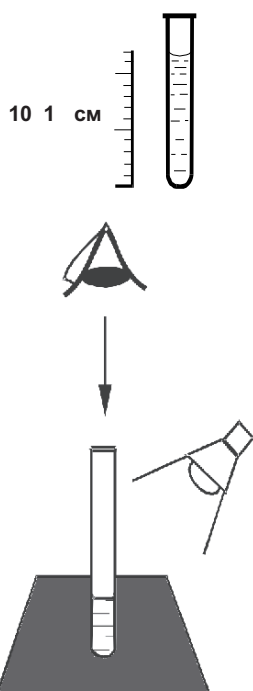
ОТБОР ПРОБЫ

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

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

А. Мутность, качественное определение**ОБОРУДОВАНИЕ**

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

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА**1.**

Заполните пробирку водой до высоты 10–12 см.

2.

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

- | |
|-------------------------------------|
| • Мутность не заметна (отсутствует) |
| • Слабо опалесцирующая |
| • Опалесцирующая |
| • Слабомутная |
| • Мутная |
| • Очень мутная |
| • Иное ____ (укажите) ____ |

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

Образец шрифта водостойкий (высота 3,5 мм, ширина линии 0,35 мм).

Трубка для определения прозрачности, градуированная делениями по 10 мм (длина 60 см, диаметр 2,5 см); экран для трубки светонепроницаемый водостойкий; шприц с трубкой.

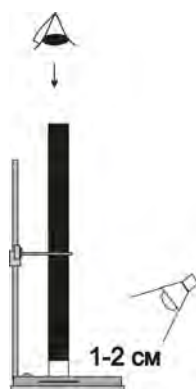
Примечание. Для устойчивости трубку для определения прозрачности лучше закреплять в штативе.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

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



2.

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

Примечание.

Обеспечьте достаточное освещение для наилучшей видимости шрифта.

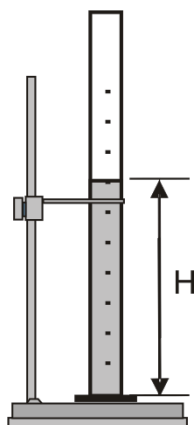


3.

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

4.

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



5.

Снимите экран с трубки.

6 .

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

7.

Переведите полученное значение прозрачности пробы в единицы мутности воды по фармазину (ЕМФ) или по каолину (мг/л) с использованием градуировочного графика (рис. 10).

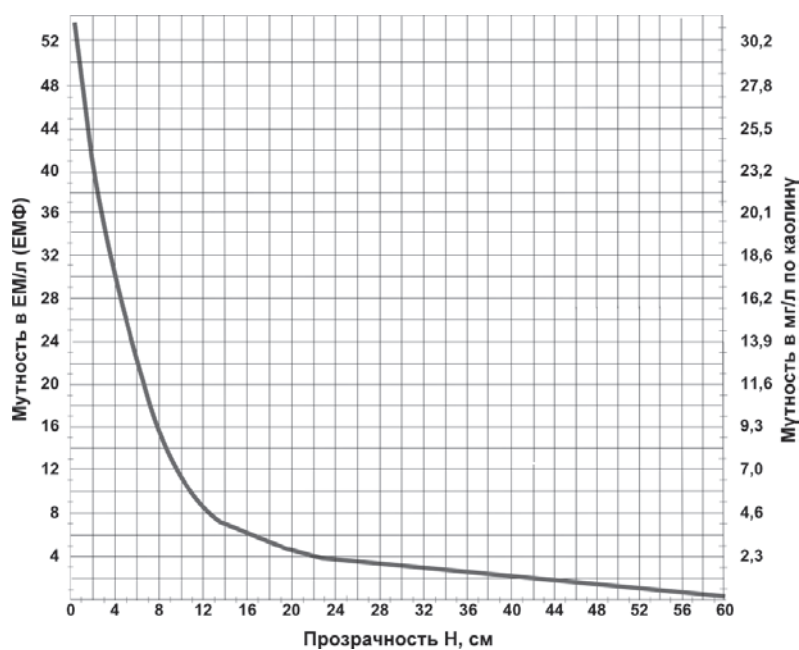


Рис. 10. Градуировочный график для выражения значения прозрачности пробы в единицах мутности воды по фармазину (ЕМФ) или по каолину (мг/л).

Пример. Определили максимальную высоту водяного столба, при взгляде сквозь который различим образец шрифта. Значение прозрачности $H = 42$ см. Пользуясь градуировочным графиком, определили соответствующее значение мутности, равное 1,2 мг/л по каолину или 2 ЕМ/л (ЕМФ) по фармазину.

6.15. Нефтепродукты

Нефть и продукты ее переработки представляют собой чрезвычайно сложную, непостоянную по составу и разнородную смесь веществ. В ее состав могут входить низко- и высокомолекулярные предельные, непредельные алифатические, нафтеновые, ароматические углеводороды; кислород-, азот- и серосодержащие соединения; ненасыщенные гетероциклические соединения типа смол, асфальтенов, ангидридов, асфальтеновых кислот и др.

В результате протекающих в водоеме процессов (испарения, сорбции, биохимического и химического окисления и др.) концентрация нефтепродуктов может существенно снижаться, при этом значительным изменениям может подвергаться их химический состав. Нефтепродукты находятся в различных миграционных формах: растворенной, эмульгированной, сорбированной на твердых частицах взвесей и донных отложений, в виде пленки на поверхности воды. Обычно в момент поступления в водоем масса нефтепродуктов сосредоточена в пленке. По мере удаления от источника загрязнения либо с течением времени происходит перераспределение нефтепродуктов между основными формами, проходящее стадии с последовательным повышением доли растворенных, эмульгированных, сорбированных нефтепродуктов. Наличие нефтепродуктов в виде пленки отрицательно сказывается как на качестве воды, так и на состоянии водоема в целом, на флоре и фауне. В присутствии нефтепродуктов вода приобретает специфический вкус и запах, изменяется ее цвет, pH, ухудшается газообмен с атмосферой, нарушаются процессы самоочищения водоема.

При санитарно-химическом контроле в ходе анализа нефтепродуктов определяют суммарную их концентрацию во всех формах, существующих в отобранной пробе, — растворе, эмульсии, а также в виде, сорбированном как на взвешенных частицах, так и на стенках сосуда для отбора пробы.

ПДК нефтепродуктов для водоемов культурно-бытового назначения составляет 0,3 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический; для водоемов рыбохозяйственного назначения — 0,05 мг/л, лимитирующий показатель вредности — рыбохозяйственный.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения нефтепродуктов является экстракционным бумажно-хроматографическим. При анализе в качестве нефтепродуктов определяются неполярные и малополярные углеводороды (суммарное содержание алифатических, олефиновых, нафтеновых, ароматических соединений), составляющие обычно основную и наиболее характерную часть нефти и продуктов ее переработки. Данным методом определяются также нефтяные масла.

Методика анализа включает предварительную концентрацию нефтепродуктов путем экстрагирования из водной среды неполярным растворителем — четыреххлористым углеродом в кислой среде при pH 3–4, а также последующий анализ экстракта.

Анализ экстракта на содержание нефтепродуктов выполняется полуколичественным методом бумажной хроматографии, который основан на использовании различия коэффициентов распределения (сорбируемости) компонентов анализируемого раствора. Различные величины коэффициентов распределения обеспечивают разделение смеси в экстракте.

Диапазон определяемых концентраций нефтепродуктов в воде — от 0,5 до 20 мг/л, продолжительность выполнения анализа — не более 4 часов, включая стадию экстракции пробы.

ОБОРУДОВАНИЕ

Воронка делительная на 100 мл, воронка делительная на 1 л или сосуд для экстракции с пробкой (плоскодонная колба, стеклянная бутылка), склянка для хранения экстрактов (2 шт.), стаканчик для хроматографирования (2 шт.), пипетка градуированная на 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (2 шт.).

Примечание. Воронка делительная на 1 л в состав изделия не входит. Для проведения экстракции рекомендуется использовать «Набор для экстракции» производства ЗАО «Крисмас+».

Бумага индикаторная универсальная, полоски для хроматографирования (6 × 60 мм).

График зависимости длины пятна от массы нефтепродуктов в пробе, шкала миллиметровая.

Раствор соляной кислоты (1:2), углерод четыреххлористый (экстрагент).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб используют стеклянные пробоотборники (бутыли, батометры), предварительно откалиброванные при температуре воды 20°C по фактическому объему с погрешностью не более ±2% и имеющие соответствующие метки: «0,2 л»; «0,5 л»; «1,0 л».

Примечание. Пробоотборники в состав изделия не входят.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Для выполнения анализа рекомендуется отбирать пробу объемом около 1 л, однако объем пробы может, в зависимости от ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде, составлять 0,2 л и 0,5 л (табл. 12).

Таблица 12

Объем отбираемой пробы в зависимости от значения ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде

Значение ожидаемой концентрации нефтепродуктов в воде, мг/л	Объем отбираемой на анализ пробы, л
1–2	1,0
2–5	0,5
5–20	0,2

При отборе проб соблюдайте следующие правила:

- бутылка перед отбором проб должна быть ополоснута экстрагентом и высушена;
- для анализа используйте весь объем пробы, причем пробоотборник водой не ополаскивайте;
- вместе с пробой в пробоотборник не должны попадать пленочные НП и агрегаты, пропитанные НП;
- перед отбором проб из трубопроводов необходимо предварительно слить из пробоотборной точки воду в течение 5–10 мин.

В случае, если анализ отобранных проб не выполняется в течение 3–4 ч. после отбора проб, к пробе в пробоотборник необходимо добавить экстрагент или провести экстракцию на месте отбора проб.

Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — не более 1 суток при условии добавления экстрагента или экстракции (по возможности на месте) и при охлаждении до 2–5 °С.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

А. Проведение экстракции

Экстракцию проводят в стеклянном сосуде достаточной вместимости (объем сосуда должен превышать объем пробы не менее чем в 1,5 раза), например, в делительной воронке, плоскодонной колбе, бутылки (в состав изделия не входят).

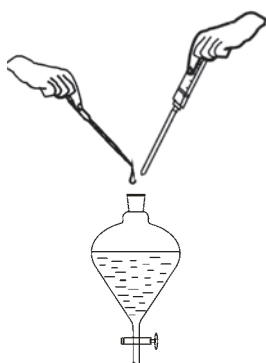
Для проведения экстракции рекомендуется использовать «Набор для экстракции» производства ЗАО «Крисмас+».



1.

Поместите в делительную воронку или иной используемый для экстракции сосуд (плоскодонную колбу, бутыл) пробу воды в необходимом объеме (см. табл. 12).

Проба должна занимать не более $2/3$ объема сосуда.



2.

Доведите значение pH пробы до 3–4, добавляя пипеткой-капельницей раствор соляной кислоты.

Значение pH контролируйте по универсальной индикаторной бумаге.

3.

Добавьте градуированной пипеткой 10 мл экстрагента.



4.

Закройте воронку (сосуд) пробкой и интенсивно перемешивайте содержимое в течение 3–5 мин. для проведения экстракции

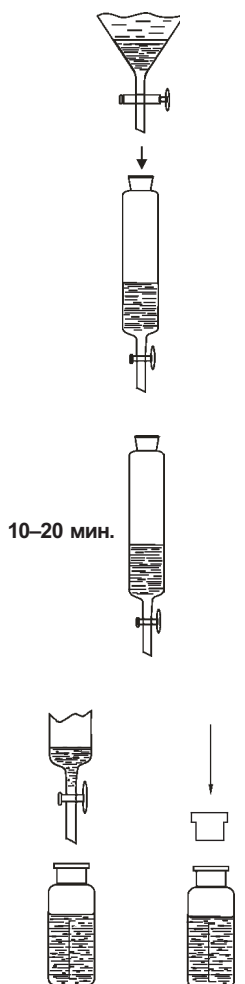


10–20 мин.

5.

Оставьте воронку в вертикальном положении на 10–20 мин. для расслоения жидкости.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



6.

В случае проведения экстракции в делительной воронке большого объема выполняйте операции по п. 8, минуя п. 7.

В случае проведения экстракции в колбе или бутылки перенесите нижний слой с небольшим количеством воды в делительную воронку на 100 мл и далее действуйте по п. 7.

7.

Оставьте воронку в вертикальном положении на 10–20 мин. для окончательного разделения фаз.

8.

Отделите экстракт от остатков воды, слив его в склянку для хранения экстракта.

Склянку плотно закройте пробкой!

Примечание.

Экстракты можно хранить в герметично закрытых склянках в прохладном месте в вертикальном положении до 1 суток.

В. Анализ экстракта

1.

Отберите из склянки с экстрактом пипеткой-капельницей 1,0 мл экстракта и перенесите в стаканчик для хроматографирования.

2.

Проведите хроматографирование. Для этого поместите в стаканчик с экстрактом полоску для хроматографирования под углом таким образом, чтобы нижний конец полоски упирался в противоположную стенку стаканчика, а верхний край полоски выступал за край стаканчика на 2–3 мм (рис.11, а).

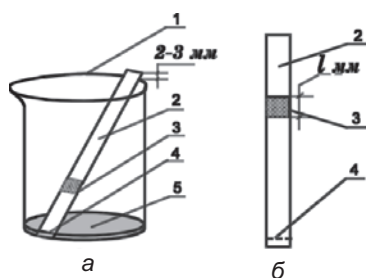


Рис. 11. Определение содержания нефтепродуктов методом бумажной хроматографии:

а — положение полоски в стаканчике при хроматографировании;

б — расположение пятна на полоске после хроматографирования.

1 — стаканчик; 2 — хроматографическая полоска;

3 — участок хроматографической полоски с пятном НП;

4 — граница погружения полоски для хроматографирования; 5 — экстракт.

Примечания. 1. Наклоны и тряска (качание основы) в период хроматографирования могут привести к неправильному результату при анализе.
2. Для повышения надежности результатов целесообразно выполнить одновременно анализ двух проб воды, используя имеющееся в составе изделия оборудование. При этом следует обеспечивать одинаковые условия при хроматографировании экстракта (температуру, скорость обдува стаканчика воздухом).

3.

Выдержите полоску после хроматографирования в стаканчике до полного испарения растворителя, не закрывая стаканчик (рис. 11, а), около 3 часов.

4.

Измерьте линейкой длину маслянистого пятна НП на полоске (рис. 11, б) с точностью до 1 мм.

5.

Определите массу НП ($M_{\text{НП}}$, мг) в пробе анализируемой воды, используя градуировочный график (рис. 12).

Примечание. Данная зависимость разработана применительно к анализу в воде масел М-14ДЦЛ20, М-14Г2ЦС. При анализе воды на содержание других нефтепродуктов рекомендуется построение градуировочного графика по конкретному нефтепродукту.

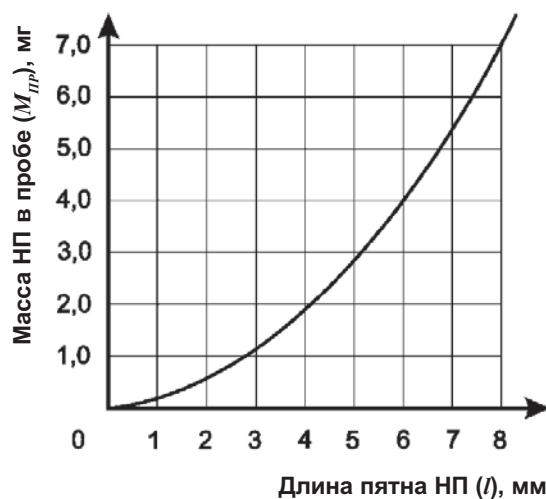


Рис. 12. Градуировочный график зависимости длины пятна (l) от массы нефтепродуктов на полоске после хроматографирования в пробе анализируемой воды.

6.

Рассчитайте концентрацию НП в пробе анализируемой воды ($C_{\text{НП}}$, мг/л) по формуле:

$$C_{\text{НП}} = \frac{M_{\text{НП}}}{V_{\text{П}}},$$

где $M_{\text{НП}}$ — масса НП в пробе, определенная по графику (рис. 12), мг;
 $V_{\text{П}}$ — объем пробы воды, взятой на анализ, л.

Пример. Объем пробы воды, отобранной для анализа, составляет 0,5 л. После экстракции НП, хроматографирования экстракта и после испарения экстрагента на полоске осталось маслянистое пятно длиной 2 мм. Пользуясь графиком (рис. 12), определили массу нефтепродуктов в пробе анализируемой воды, равную 0,5 мг. Рассчитали концентрацию нефтепродуктов в пробе воды:

$$C_{\text{НП}} = \frac{M_{\text{НП}}}{V} = \frac{0,5}{0,5} = 1$$

Следовательно, концентрация НП в анализируемой воде составляет 1 мг/л.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности может быть выполнен путем анализа стандартного раствора с известной концентрацией нефтепродуктов (например, приготовленных из ГСО).

6.16. Нитраты

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

ПДК нитратов (по NO_3^-):

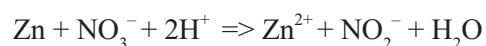
- для питьевой воды и воды водоемов хозяйственно-питьевого назначения — 45 мг/л;
- для водоемов рыбохозяйственного назначения — 40 мг/дм³ (9,1 мг/л по азоту);
- для почвы — 130 мг/кг.

Лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

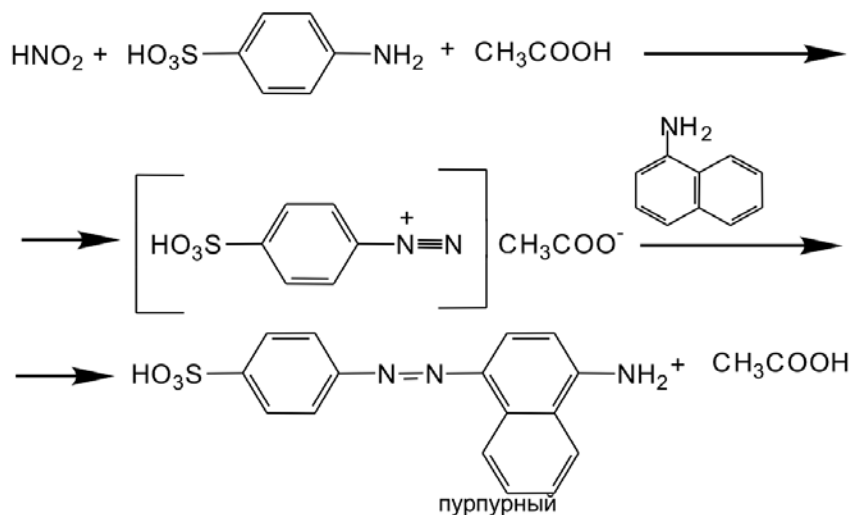
Метод определения нитрат-ионов является визуально-колориметрическим и позволяет выполнять экспресс-анализ питьевой, нормативно-очищенной сточной, природной и др. вод, а также нитратов и нитратного азота в почве.

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



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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



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

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

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

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

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

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

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



Растворы α -нафтиламина и сульфаниловой кислоты являются растворами в разбавленной уксусной кислоте. При работе с ними следует соблюдать правила безопасности.

ОТБОР ПРОБ

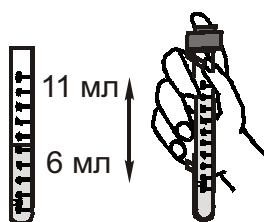
Для отбора проб при определении нитрат-ионов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

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

Примечание. Не допускается использовать для подкисления проб азотную кислоту.

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

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

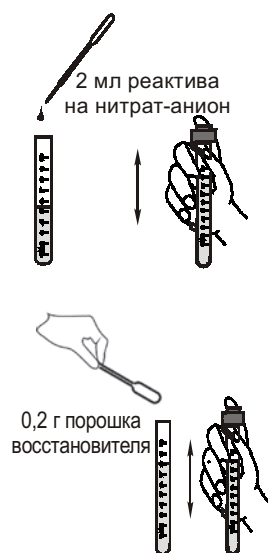
ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА**1.**

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



2.

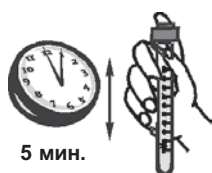
К содержимому пробирки пипеткой добавьте 2,0 мл свежеприготовленного реактива на нитрат-ионы, закройте пробирку пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



Соблюдайте осторожность при добавлении реактива на нитрат-ионы.

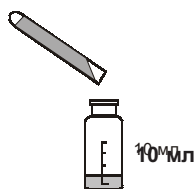
3.

Прибавьте в пробирку около 0,2 г порошка цинкового восстановителя, используя шпатель (0,2 г порошка заполняют 1/3 объема шпателя без горки). Закройте пробирку пробкой и перемешайте.



4.

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



5.

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



6.

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

7.

Рассчитайте содержания нитрат-ионов и азота нитратов в почве.

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

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

$$\omega_N = \frac{2,5 \times 14 \times C \times 10^{-6}}{62} = \frac{C_{\text{П}} \times 14 \times 10^{-6}}{62}, \quad (2)$$

где $C_{\text{П}}$ — концентрация нитрат-ионов в почве (мг/кг почвы);
 2,5 — соотношение массы раствора хлорида калия и массы почвы;
 C — концентрация нитрат-ионов в почвенной вытяжке (в мг/л);
 ω_N — массовая доля азота нитратов в почве;
 14 — относительная атомная масса азота;
 62 — относительная молекулярная масса нитрат-иона;
 10^{-6} — коэффициент пересчета мг в кг.

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

Таблица 13

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

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

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.17. Нитриты

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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

Окрашенная проба колориметрируется визуально-колориметрически либо фотоколориметрически.

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

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

ОТБОР ПРОБ

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

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

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

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

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

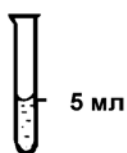
Пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пробирка колориметрическая с меткой «5 мл» с пробкой (2 шт.).

Реактив Грисса в капсулах по 0,04–0,05 г.

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

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

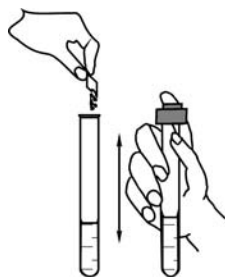
Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА**1.**

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

**2.**

Добавьте в пробирку к пробе содержимое одной капсулы реактива Грисса.

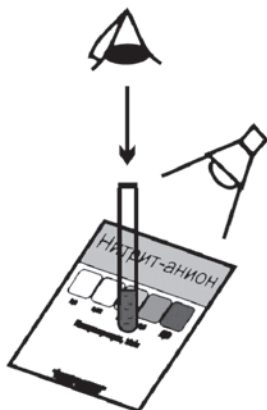
3.

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

**4.**

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



5.

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



6.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 525 нм относительно холостой пробы. Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-10-149-10, рассчитайте массовую концентрацию нитрит-ионов в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации нитрит-ионов автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.18. Окисляемость перманганатная, метод Кубеля

Мерой содержания в пробе органических веществ является потребление кислорода как в процессе аэробного биохимического окисления, используемое при определении БПК (см. раздел 6.3), так и в химических реакциях с сильными окислителями, имеющими в молекуле химически связанный кислород. Показатель, характеризующий суммарное содержание в воде органических веществ по количеству израсходованного на окисление химически связанного кислорода, называется *окисляемостью*, или *химическим потреблением кислорода (ХПК)*. Являясь интегральным (суммарным) показателем, ХПК в настоящее время считается одним из наиболее информативных показателей антропогенного загрязнения вод. Этот показатель используется повсеместно при анализе питьевой, природной и сточной вод. Результаты определения окисляемости выражаются в миллиграммах потребленного кислорода на 1 л воды (мг/л).

Окисляемость, или ХПК, характеризует *общее количество содержащихся в воде восстановителей (органических и неорганических), реагирующих с сильными окислителями*. В качестве таких окислителей обычно используют бихромат- и перманганат-ионы, и соответственно называются методы определения окисляемости (ХПК) — бихроматный и перманганатный. Результаты определения окисляемости одной и той же воды с помощью разных окислителей могут приводить к разным результатам из-за различной способности к окислению веществ, присутствующих в воде. Результаты зависят также от свойств окислителя, его концентрации, температуры, pH, продолжительности окисления и т.п. Получаемые результаты сопоставимы только в том случае, когда точно соблюдены все условия проведения анализа.

В природных водах содержание трудноокисляющихся органических веществ обычно крайне мало, и результаты, получаемые при анализе природных вод бихроматным и перманганатным методами, достаточно близки.

Для оценки качества питьевой, водопроводной воды, природной воды источников водоснабжения и т.п. используется перманганатная окисляемость (часто называемая также *перманганатным индексом*). Именно ее определение предусмотрено действующими нормативными документами (ПНД Ф 14.2:4.154-99, ИСО 8467) при анализе питьевой воды и обследовании источников хозяйственно-питьевого водоснабжения. Бихроматная окисляемость определяется при оценке загрязненности сточных вод органическими веществами.

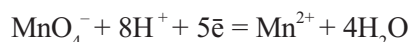
Нормативы на ХПК для перманганатной окисляемости: для питьевой воды — 5 мг/л, для водоемов хозяйственно-бытового назначения — 15 мг/л.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

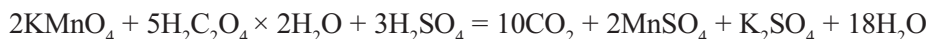
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведен метод определения ХПК в виде перманганатной окисляемости по Кубелю (метод Кубеля), основанный на окислении присутствующих в пробе органических веществ известным количеством раствора перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента при кипячении в сернокислой среде в течение 10 мин. Не вступивший в реакцию перманганат калия восстанавливают щавелевой кислотой. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия. Данный метод, используемый при анализе питьевой и слабозагрязненной природной воды, получил широкое распространение в силу своей относительной простоты. Метод вполне может быть реализован в условиях базового лагеря, производственных или малооснащенных лабораторий. Метод Кубеля установлен международным стандартом ИСО 8467. Приводимая ниже методика соответствует ПНДФ 14.2:4.154-99 и адаптирована к объему пробы 50 мл.

Уравнение реакции, протекающей при окислении пробы перманганатом, можно схематично записать в виде:



Реакция восстановления перманганата щавелевой кислотой описывается уравнением:



Мешающее влияние при определении ХПК оказывают, в первую очередь, хлорид-ионы при их концентрации в пробе свыше 300 мг/л. Учитывая применимость данного метода для анализа питьевой и слабозагрязненной природной воды, мешающее влияние хлоридов считается пренебрежимо малым. Помимо хлоридов, определению могут мешать нитрит, сульфиды (сероводород) и железо (2), однако для незагрязненных вод их влияние также незначимо.

Диапазон определяемых методом Кубеля значений перманганатной окисляемости — от 0,5 мг/л до 100 мг/л. Пробы с величиной окисляемости более 10 мг/л перед анализом необходимо разбавлять (максимальная кратность разбавления проб — 10).

Объем анализируемой пробы составляет 50 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин., включая нагревание проб.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Колба коническая плоскодонная со шлифом на 100 мл (2 шт.), кипелка капиллярная, пипетка-капельница полимерная (4 шт.), пипетка градуированная для титрования на 5 мл и на 10 мл (2 шт.) со шприцем-дозатором и соединительной

трубкой, холодильник обратный воздушный на шлифе (2 шт.), цилиндр мерный на 50 мл, стойка-штатив съемный.

Раствор кислоты серной (1:3), кислота щавелевая (стандарт-титр 0,1 моль/л эквивалента), перманганат калия (стандарт-титр 0,1 моль/л эквивалента), раствор перманганата калия основной (0,1 моль/л эквивалента), раствор перманганата калия рабочий (0,01 моль/л эквивалента), раствор щавелевой кислоты основной (0,1 моль/л эквивалента), раствор щавелевой кислоты рабочий (0,01 моль/л эквивалента).

Для выполнения определения также необходима кипящая водяная баня с устройством для крепления колб (в состав изделия не входит).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

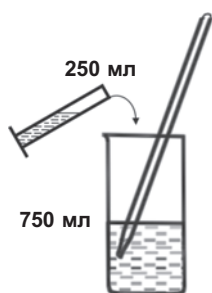
ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в приготовлении следующих растворов, имеющих ограниченные сроки годности либо расходуемых при определениях:

- раствора серной кислоты (1:15) — применяется для приготовления стандартного раствора щавелевой кислоты;
- основного и рабочего растворов перманганата калия;
- основного и стандартного растворов щавелевой кислоты.

При приготовлении данных растворов требуются мерные колбы на 100 мл и на 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л (в состав изделия не входят).

Приготовление раствора серной кислоты (1:15)



В термостойкий стеклянный стакан поместите 750 мл дистиллированной воды. К воде медленно, при постоянном перемешивании, добавляйте 250 мл серной кислоты (1:3).

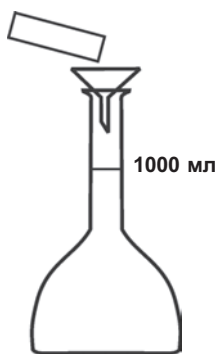


Далее к раствору в стакане пипеткой-капельницей по каплям добавляйте при перемешивании раствор перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента до стабильного бледно-розового оттенка.

Срок годности раствора — 1 год.

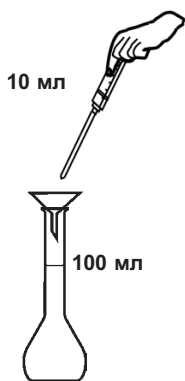
6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Приготовление основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента)



При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора перманганата калия приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра перманганата калия. Для его приготовления содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в дистиллированной воде. Доведите объем раствора до метки дистиллированной водой и перемешайте. Раствор можно применять не ранее чем через 2–3 недели. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия, оставшийся раствор перелейте в посуду из темного стекла. Срок годности раствора — 6 мес. при условии хранения герметично закрытым в темном месте.

Приготовление рабочего раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)



10 мл основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой поместите в мерную колбу на 100 мл, доведите объем раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия. Срок годности раствора — 3 мес. при условии хранения в темном месте.

Примечание.

Для выполнения точных анализов необходимо установить поправочный коэффициент приготовленного рабочего раствора перманганата.

Установка поправочного коэффициента рабочего раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)

Поправочный коэффициент раствора устанавливают в день проведения анализа.

В коническую колбу налейте 50 мл дистиллированной воды, прибавьте 5,0 мл стандартного раствора шавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента) и 2,5 мл

6.18. Окисляемость перманганатная, метод Кубеля

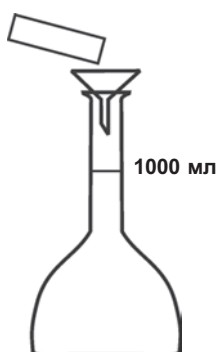
раствора серной кислоты (1:3). Смесь нагрейте до кипения на плитке с закрытой спиралью, слегка охладите (до 80–90 °С) и титруйте рабочим раствором перманганата калия (0,01 моль/л экв.) до слабо-розовой окраски. Поправочный коэффициент (K) для приведения концентрации раствора перманганата калия точно к 0,01 моль/л эквивалента рассчитайте по формуле:

$$K = \frac{5}{V},$$

где 5 — объем раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента), мл;
 V — объем раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента), мл.

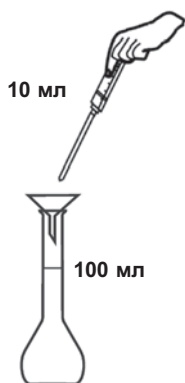
Если поправочный коэффициент раствора отличается от 1 менее, чем на $\pm 0,005$, то считайте его равным 1.

Приготовление основного раствора щавелевой кислоты (0,1 моль/л эквивалента)



При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора щавелевой кислоты приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра. Для этого содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в растворе серной кислоты (1:15). Доведите объем раствора до метки тем же раствором, перемешайте. Срок годности раствора — 6 мес. при хранении в темном месте.

Приготовление стандартного раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента)



При израсходовании стандартного (0,01 моль/л эквивалента) раствора щавелевой кислоты приготовьте новый раствор. Для этого 10 мл основного раствора (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой поместите в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите объем до метки раствором серной кислоты (1:15), перемешайте. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия. Срок годности раствора — 2 недели.

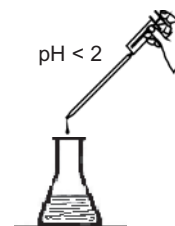
6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении перманганатной окисляемости (перманганатного индекса) используются бутылки из полимерного материала или стекла. Определение следует проводить как можно скорее.



Если проба не может быть проанализирована сразу же после отбора, то для предотвращения биохимического окисления органических соединений пробу необходимо подкислить до pH менее 2, для чего на 1 л воды добавляют 10 мл серной кислоты (1:3).



Максимальный рекомендуемый срок хранения проб для данного анализа зависит от способа консервации пробы. При использовании стеклянных бутылок максимально рекомендуемый срок хранения подкисленной пробы — 2 суток при условии ее охлаждения до 2–5 °С и хранения в темном месте. При отборе проб в полимерные бутылки их допускается хранить до 1 мес. при условии замораживания до минус 20 °С.

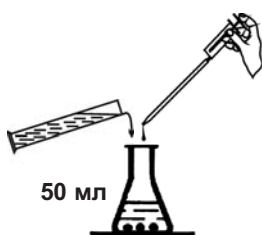
Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Непосредственно перед выполнением анализа обратите внимание на операции, которые должны быть выполнены заблаговременно для обеспечения успешности и правильности определения, в частности:

- Вся посуда (колбы, цилиндр, пробирки и т.п.), используемые при определении, должны быть тщательно вымыты и высушены.
- Пробы с высоким ожидаемым значением перманганатной окисляемости разбавляются до значений, находящихся в диапазоне 0,5–10 мг/л.
- Перед анализом следует подготовить к работе кипящую водяную баню с устройством для крепления колб.

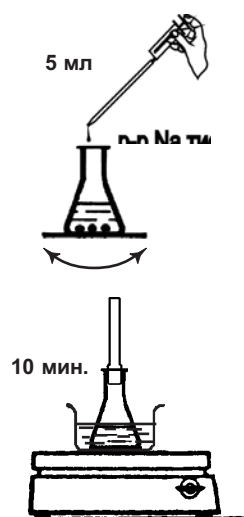


1.

Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой.

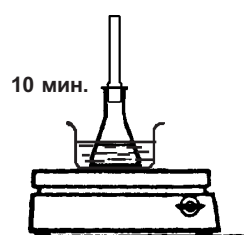
Поместите в колбу несколько кипелок, добавьте цилиндром 50 мл анализируемой пробы воды и градуированной пипеткой — раствор серной кислоты (1:3) в количестве 2,5 мл.

6.18. Окисляемость перманганатная, метод Кубеля



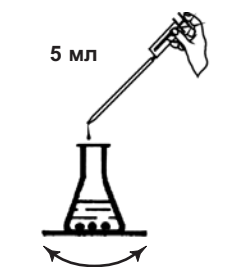
2.

Туда же градуированной пипеткой добавьте 5,0 мл раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента). Содержимое колбы перемешайте покачиваниями.



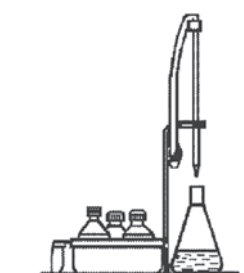
3.

К колбе присоедините обратный воздушный холодильник. Колбу поместите на кипящую водяную баню на 10 мин.



4.

Далее к горячему раствору градуированной пипеткой при перемешивании добавьте 5,0 мл стандартного раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента) и дождитесь обесцвечивания раствора.



5.

Горячий обесцвеченный раствор титруйте на белом фоне с использованием градуированной пипетки рабочим раствором перманганата калия до бледно-розового оттенка, сохраняющегося не менее 30 с.



При титровании определите израсходованное количество раствора перманганата калия ($V_1 = V_0 - V$) с точностью до 0,05 мл.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

П р и м е ч а н и е. Температура смеси при титровании не должна быть ниже 80°C. Для этого колбу рекомендуется периодически опускать в кипящую водяную баню.



Если раствор при кипячении обесцветится или побуреет, определение необходимо повторить с разбавленной пробой. Определение повторяют и в том случае, если раствора перманганата расходуется более 60% от добавленного количества, т.е. более 3 мл на 50 мл пробы. При титровании разбавленных проб должно быть израсходовано не менее 20% от добавленного количества перманганата, т.е. не менее 1 мл.

Холостой опыт

6.

Выполните холостой опыт, повторяя операции 1–5, используя в качестве пробы 50 мл дистиллированной воды. При титровании в холостом опыте аналогично определите количество раствора перманганата (V_x). Расход раствора перманганата (0,01 моль/л эквивалента) не должен превышать 0,15 мл.

7.

Рассчитайте значение перманганатной окисляемости (перманганатный индекс) по Кубелю (I_{Mn}) в мг/л по формуле:

$$I_{Mn} = \frac{(V_1 - V_x) \times 0,01 \times K \times 8 \times 1000}{V_{\Pi}} = (V_1 - V_x) \times 1,6,$$

где V_1 и V_x — количество рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента, израсходованное на титрование пробы и в холостом опыте соответственно, мл;

8 — молярная масса эквивалента кислорода, г/моль;

0,01 — концентрация рабочего раствора перманганата калия, моль/л эквивалента;

K — поправочный коэффициент для концентрации рабочего раствора перманганата (принимается равным 1 либо определяется по результатам установления его значения, см. «Подготовка к анализу»);

1000 — коэффициент пересчета из граммов в миллиграммы;

V_{Π} — объем пробы, взятой на анализ (50 мл).

Результат анализа округлите: при значениях перманганатной окисляемости менее 10 мг/л — до десятых долей; от 10 до 100 мг/л — до целого числа.

6.20. Поверхностно-активные вещества, анионоактивные

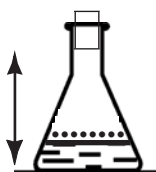
Пример расчета. При определении перманганатной окисляемости пробы воды объемом 50 мл из артезианской скважины на титрование израсходовано $V_1 = 3,0$ мл рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л экв. На титрование 50 мл дистиллированной воды того же раствора в холостом опыте израсходовано $V_x = 0,15$ мл. Поправочный коэффициент для концентрации раствора перманганата принят равным 1. Значение перманганатной окисляемости пробы составляет:

$$I_{Mn} = \frac{(3,0 - 0,15) \times 1 \times 80}{50} = 4,56 \approx 4,6 \text{ мг/л}$$

6.19. Пенистость

Пенистостью считается способность воды сохранять искусственно созданную пену. Данный показатель может быть использован для качественной оценки присутствия таких веществ, как детергенты (поверхностно-активные вещества) природного и искусственного происхождения и др.

Пенистость определяют, в основном, при анализе загрязненных природных и сточных вод.



Методика анализа проста: колбу на 0,5 л с пробкой заполняют на 1/3 водой, встряхивают 0,5 мин. Проба считается положительной, если пена сохраняется более 1 мин. Величина рН воды при этой процедуре должна быть 6,5–8,5 (при необходимости воду нейтрализуют).

6.20. Поверхностно-активные вещества, анионоактивные

Анионоактивные синтетические поверхностно-активные вещества (ПАВ) в водном растворе ионизируются с образованием отрицательно заряженных органических ионов. Из анионоактивных ПАВ широкое применение нашли соли серноокислых эфиров (сульфаты) и соли сульфокислот (сульфонаты).

В водные объекты ПАВ поступают в значительных количествах с хозяйственно-бытовыми (использование синтетических моющих средств в быту) и промышленными сточными водами (текстильная, нефтяная и химическая промышленность, производство синтетических каучуков), а также со стоком с сельскохозяйственных угодий (в качестве эмульгаторов входят в состав инсектицидов, фунгицидов,

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

гербицидов и дефолиантов). Главными факторами понижения их концентрации являются такие процессы, как биохимическое окисление, а также сорбция взвешенными веществами и донными отложениями.

Попадая в водоемы и водотоки, ПАВ оказывают значительное влияние на их физико-биологическое состояние, ухудшая кислородный режим и органолептические свойства, и сохраняются там долгое время, так как разлагаются очень медленно. Отрицательным с гигиенической точки зрения свойством ПАВ является их высокая пенообразующая способность.

В поверхностных водах ПАВ находятся в растворенном и сорбированном состоянии, а также в поверхностной пленке воды водного объекта. В слабозагрязненных поверхностных водах концентрация ПАВ колеблется обычно в пределах тысячных и сотых долей миллиграмма в 1 л. В зонах загрязнения водных объектов концентрация повышается до десятых долей миллиграмма, вблизи источников загрязнения может достигать нескольких миллиграммов в 1 л.

ПДК водоемов для большинства ПАВ составляет 0,1 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический (пенообразование). Поскольку указанные соединения имеют один норматив с одним и тем же показателем вредности, при санитарно-химическом контроле в большинстве случаев принято ограничиваться определением их суммарного содержания.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения анионоактивных ПАВ является колориметрическим (МВИ-08-152-11) и применим для анализа природных и нормативно-очищенных сточных вод. Определение основано на способности анионоактивных ПАВ образовывать с метиленовым голубым растворимое в хлороформе окрашенное в голубой цвет соединение. Это соединение экстрагируют в щелочной среде и промывают слабым раствором серной кислоты, чем устраняется мешающее влияние хлоридов, нитратов, роданидов и белков.

Проведению анализа мешают катионоактивные ПАВ, а также сульфиды, восстанавливающие метиленовый голубой. Их влияние устраняется добавлением к пробе перекиси водорода.

Окрашенная проба колориметрируется визуально-колориметрически либо фотоколориметрически.

Диапазон определяемых концентраций анионоактивных ПАВ в воде: при визуально-колориметрическом определении — от 0,5 до 5 мг/л; при фотоколориметрическом определении — от 0,02 до 1 мг/л (620 нм).

Объем пробы — 10 мл, продолжительность выполнения анализа — не более 20 мин., включая продолжительность экстракции.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка-капельница полимерная на 3 мл (1 шт.) и на 1 мл (4 шт.), пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пробирка стеклянная с меткой «10 мл» и пробкой, пробирка градуированная для приготовления 3%-ного раствора перекиси водорода, флакон для хранения 3%-ного раствора перекиси водорода.

Контрольная шкала образцов окраски для определения анионоактивных ПАВ (0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0 мг/л).

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

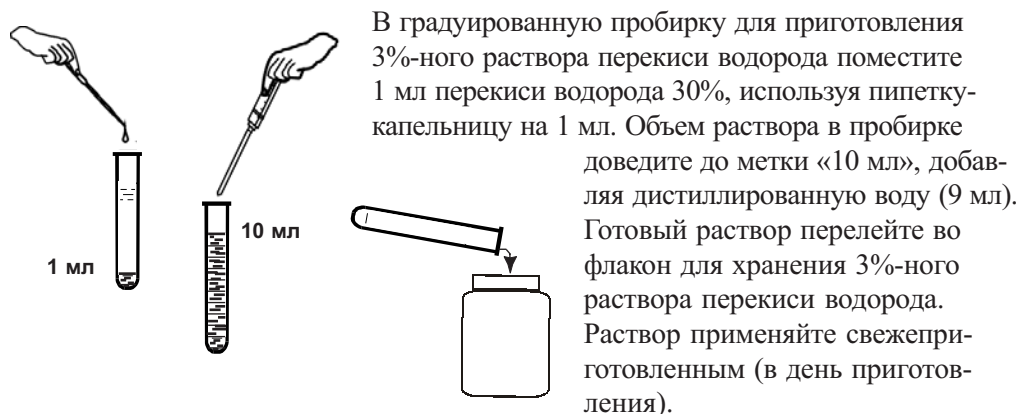
Раствор метиленового голубого, раствор перекиси водорода 30% (пергидроль), раствор серной кислоты 0,3%-ный, раствор буферный фосфатный, хлороформ (экстрагент).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Подготовка к работе состоит в приготовлении 3%-ного раствора перекиси водорода, который применяется свежеприготовленным.

Приготовление 3%-ного раствора перекиси водорода



ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении ПАВ анионоактивных используются бутылки из стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб для данного анализа зависит от способа консервации пробы: 4 суток при условии подкисле-

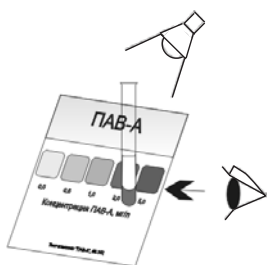
6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ния до pH менее 2 серной кислотой и охлаждении до 2–5°C, либо 7 суток при условии добавления 2–4 мл хлороформа на 1 л и охлаждении до 2–5°C.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

- 1.**
Ополосните стеклянную пробирку несколько раз анализируемой водой.
Налейте в пробирку пробу воды до метки «10 мл».
- Примечание.**
Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.
- 2.**
Добавьте в пробирку последовательно разными пипетками 1,0 мл 3%-ного раствора перекиси водорода, 1,0 мл фосфатного буферного раствора, 1,0 мл раствора метиленового голубого. После добавления каждого реактива пробирку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.
- Примечание.**
Добавляйте растворы разными пипетками!
- 3.**
Добавьте пипеткой 3,0 мл хлороформа, после чего пробирку закройте пробкой и перемешайте содержимое осторожным встряхиванием в течение 1 мин., придерживая пробку пальцем.
- 4.**
Добавьте 1,0 мл 0,3%-ного раствора серной кислоты, осторожным встряхиванием перемешайте в течение 1 мин.
- Пробирку оставьте на 3–5 мин. для разделения слоев жидкости
- 

**5.**

Проведите визуальное колориметрирование пробы, сравнивая окраску **нижнего** (хлороформного) слоя с окраской ближайшего по окраске поля контрольной шкалы. Для этого пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы и, освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, определите при взгляде сбоку ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации ПАВ в мг/л.

**6.**

При фотоколориметрическом определении хлороформный слой поместите в **стеклянную** кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны 620 нм относительно холостой пробы. Далее, с использованием градуировочной характеристики, временно построенной согласно МВИ-08-152-11,

рассчитайте массовую концентрацию анионоактивных ПАВ в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации анионоактивных ПАВ автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности может быть выполнен путем анализа специально приготовленного раствора соли натрия додецилсульфата (натрия лаурилсульфата) или ГСО при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.21. Свинец

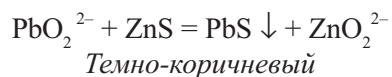
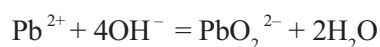
Свинец относится к тяжелым металлам и является типичным токсикантом, т.е. веществом, вредным для живых организмов при любых, даже малых, концентрациях. Соединения свинца — яды, действующие на все живое, вызывающие изменения, особенно в нервной системе, крови и сосудах. Обладают эмбриотоксическим

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

и тератогенным действием, приводят к энцефалопатии и поражениям печени, угнетают иммунитет, подавляют многие ферментативные процессы. Дети более восприимчивы к воздействию соединений свинца, чем взрослые. Органические соединения свинца (тетраметилсвинец, тетраэтилсвинец) — летучие жидкости, являются сильными нервными ядами, активно ингибируют обменные процессы. Для всех соединений свинца характерно кумулятивное действие (биоаккумуляция). ПДК свинца в воде водоемов составляет 0,03 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения свинца — визуально-колориметрический и применим при анализе природной и очищенной сточной воды. Определение основано на использовании реактивной бумаги с сульфидом цинка и концентрирующего устройства [13]. Методика анализа включает пропускание обработанной щелочью анализируемой пробы через содержащую сульфид цинка реактивную бумагу, помещенную в концентрирующее устройство. При этом на бумаге происходит образование сульфида свинца в виде темно-коричневого пятна. Определение проводится в щелочной среде по реакции:



Концентрацию ионов свинца в пробе определяют путем сравнения окраски реактивной бумаги с контрольной шкалой образцов окраски.

Метод достаточно селективен при его использовании для анализа сточных вод. Мешающее влияние нерастворимых гидроксидов меди, серебра, ртути, висмута устраняется с помощью фильтровальной бумаги.

Диапазон определяемых концентраций ионов свинца в воде составляет от 0,1 до 5 мг/л. Объем пробы — 20 мл, продолжительности анализа — не более 25 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Зажим для сушки реактивной бумаги (3 шт.), ножницы, пинцет, шприц-дозатор на 20 мл.

Пипетка полимерная на 1 мл, стаканы на 100 мл с маркировкой «№ 1» и «№ 2» (для приготовления пропиточных растворов), стакан с меткой «20 мл»,

стеклянная палочка (2 шт.), наконечник для концентрирующего устройства № 1 (маленький) и № 2 (большой) (по 5 шт.).

Основа для приготовления реактивной бумаги (полоски $1,5 \times 4,5$ см), пакет для хранения реактивной бумаги, фильтровальная бумага (полоски 2×6 см).

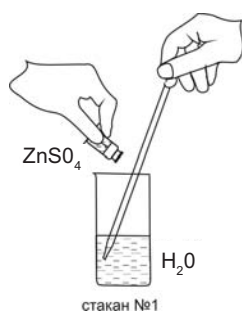
Раствор гидроксида натрия (1 моль/л), сульфат цинка (в капсулах по 1,15 г), сульфид натрия (в капсулах по 0,96 г).

Контрольная шкала образцов окраски для визуального колориметрирования «Свинец» (0; 0,1; 0,5; 1,0; 5,0 мг/л).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

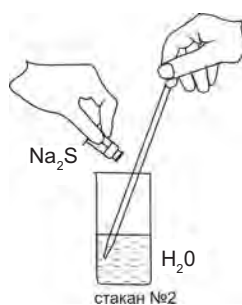
ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

Подготовка к работе состоит в приготовлении реактивной бумаги с Zn, включающей операции приготовления пропиточных растворов № 1 и № 2, пропитку основы и сушку. Приготовление реактивной бумаги проводится заблаговременно в количестве, которое может быть израсходовано в течение 1 месяца. При приготовлении растворов используется дистиллированная вода (в состав изделия не входит).



Приготовление пропиточного раствора № 1

Навеску сульфата цинка (1,15 г) из капсулы полностью перенесите в стакан № 1, добавьте 100 мл дистиллированной воды и перемешайте стеклянной палочкой до растворения. Раствор следует использовать в день приготовления.

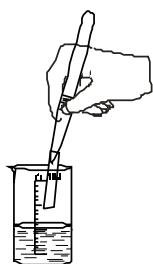


Приготовление пропиточного раствора № 2

Навеску сульфида натрия (0,96 г) из капсулы полностью перенесите в стакан № 2, добавьте 100 мл дистиллированной воды и перемешайте стеклянной палочкой до растворения. Раствор следует использовать в день приготовления.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Пропитка и сушка основы

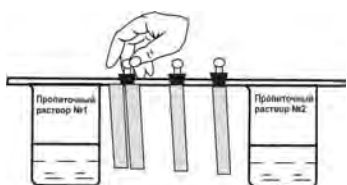


Раствор № 1

А.

Погрузите с помощью пинцета полоски основы ($1,5 \times 4,5$ см) в пропиточный раствор № 1 для смачивания.

Примечание. Пропитывать следует столько полосок, сколько предполагаете провести анализов в течение месяца, исходя из того, что на анализ 1 пробы расходуется участок реактивной бумаги размером $1,5 \times 1,5$ см.



Б.

Извлеките полоски из раствора № 1 и расположите их для сушки, например, как показано на рисунке (на два стакана с пропиточными растворами положите стеклянную палочку и с помощью зажимов закрепите полоски). Выдержите полоски на воздухе до полного высыхания (15–20 мин.).

В.

Погрузите пропитанные раствором № 1 и высушенные полоски основы с помощью пинцета поочередно в пропиточный раствор № 2 до полного смачивания. Далее извлеките полоски из раствора № 2 и высушите их как описано в пункте Б.

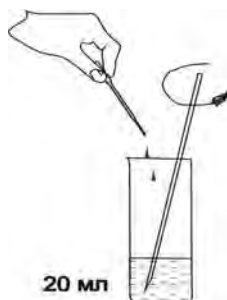
Готовую реактивную бумагу храните в герметичном пакете из темной бумаги (входит в состав изделия) в прохладном месте. Срок годности реактивной бумаги — 1 мес.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении свинца используются бутылки из полимерного материала или стекла. Пробы консервируйте подкислением до pH менее 2 (добавлением 2 мл азотной кислоты на 1 л пробы). Максимальный рекомендуемый срок хранения консервированных проб — 1 мес.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

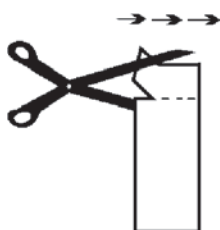


1.

Ополосните стакан несколько раз анализируемой водой. Налейте в стакан пробу воды до метки «20 мл».

2.

Добавьте пипеткой полимерной 1 мл раствора гидроксида натрия и перемешайте стеклянной палочкой.



3.

Отрежьте от полоски реактивной бумаги рабочий участок размером $1,5 \times 1,5$ см.

4.

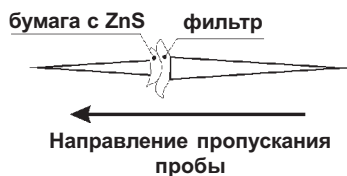
Отрежьте от полоски фильтровальной бумаги рабочий участок размером 2×2 см.



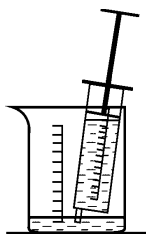
5.

Соберите концентрирующее устройство, используя наконечники (№ 1, меньший и № 2, больший), рабочий участок фильтровальной бумаги и рабочий участок реактивной бумаги.

Для этого между наконечниками № 1 и № 2 поместите: со стороны наконечника № 2 — участок фильтровальной бумаги а со стороны наконечника № 1 — участок реактивной бумаги.



6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



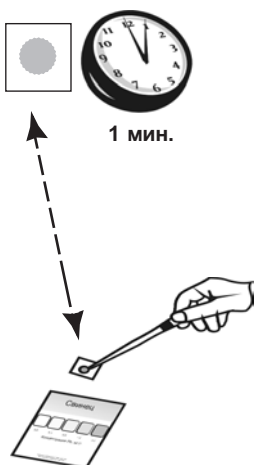
6.

Наберите 20 мл подготовленной пробы из стакана в шприц.



7.

Подсоедините собранное концентрирующее устройство большим наконечником к заполненному шприцу и пропустите всю пробу через устройство со скоростью 2–3 капли/с.



8.

Разберите концентрирующее устройство, извлеките участок реактивной бумаги и оставьте его на 1 мин. для завершения реакции.

При наличии в пробе свинца на реактивной бумаге возникает характерное пятно.

9.

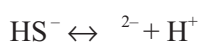
Проведите визуальное колориметрирование. Для этого сравните окраску пятна на реактивной бумаге с контрольной шкалой. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации ионов свинца в пробе воды.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении свинца может быть выполнен путем анализа стандартного раствора ацетата свинца или ГСО (по Pb^{2+}) при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.22. Сероводород и сульфиды

Сероводород придает воде характерный неприятный запах тухлых яиц даже в крайне малых концентрациях. Сами сульфиды запаха воде не придают, но со временем, при изменении pH и при повышении температуры, превращаются в сероводород, и у воды появляется запах. Превращение сероводорода в сульфиды протекает через образование гидросульфидов по уравнениям:



В природных условиях указанные соединения могут появляться в болотных водах в результате процессов гниения отмершей растительности либо в минеральных водах, поступающих с грунтовыми водами, контактировавшими с серосодержащими породами поверхностного и глубинного залегания, а также с артезианскими водами (подобные воды часто приобретают статус лечебных). Содержание сероводорода в артезианских водах изменяется в зависимости от сезона и срока эксплуатации скважины. Сероводород, встречающийся в подземных водах, образуется в результате разложения сульфидов (пирит, серный колчедан) кислыми водами и восстановления сульфатов сульфатредуцирующими бактериями.

В значительных количествах сероводород и сульфиды могут попадать в природные водоемы со сточными водами промышленных предприятий бумажной промышленности и т.п.

Сероводород ядовит для живых организмов, обитающих в воде. В присутствии даже малых концентраций сероводорода в воде протекает особый вид коррозии, приводящей к быстрому разрушению металлоконструкций. Сульфиды оказывают на человека токсическое воздействие и вызывают раздражение кожи.

Поскольку сероводород при растворении в воде находится в равновесии с гидросульфидами и сульфидами, аналитическое определение этих соединений проводят групповыми методами. Этим же можно объяснить особенности в нормировании ПДК для данных соединений.

ПДК для питьевой и бутилированной воды составляет:

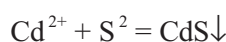
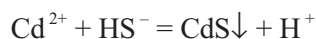
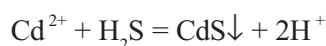
- для сероводорода – 0,003 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический (по запаху);
- для гидросульфидов — 3 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

ПДК для воды водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового назначения для сероводорода и сульфидов (по H_2S) составляет 0,05 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический (по запаху).

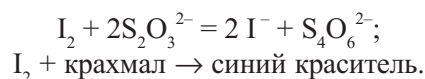
6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения сероводорода и его солей (гидросульфидов, сульфидов) является методом обратного титрования и предназначен для анализа очищенных сточных вод любой минерализации. Определение основано на осаждении сульфидов ионом кадмия из кислых растворов:



Образовавшийся нерастворимый сульфид кадмия далее растворяется в титрованном растворе йода, избыток которого оттитровывается раствором тиосульфата натрия:



Диапазон определяемых концентраций сероводорода и сульфидов (по H_2S) составляет от 5 до 200 мг/л.

Объем пробы, необходимой для анализа, составляет 50 мл, продолжительность анализа — не более 40 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка полимерная, колба коническая на 100 мл с меткой «50 мл», палочка стеклянная, пипетка градуированная для титрования на 10 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл и 3 мл (по 3 шт.), склянка для отбора проб на 250 мл, стакан на 100 мл, цилиндр мерный на 25 мл.

Мерные колбы вместимостью 500 мл и 1000 мл (в состав изделия не входят).

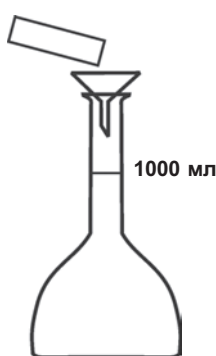
Йод (стандарт-титр 0,1 моль/л эквивалента), крахмал растворимый в капсулах по 0,25 г, натрий серноватистокислый (тиосульфат) 5-водн. (стандарт-титр 0,1 моль/л эквивалента), раствор йода (0,1 моль/л эквивалента), раствор кадмия ацетата (10%), раствор натрия тиосульфата (0,1 моль/л эквивалента), раствор крахмала, раствор соляной кислоты (1:1).

Фильтры бумажные «синяя лента».

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К РАБОТЕ

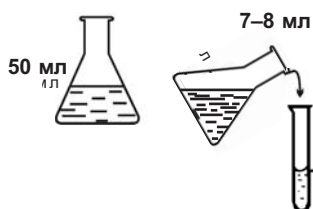
Подготовка к работе состоит в приготовлении растворов, имеющих ограниченные сроки годности. При приготовлении растворов используются мерные колбы на 500 мл и 1000 мл, а также дистиллированная вода и водяная баня (в состав изделия не входят).

Приготовление раствора тиосульфата натрия (0,1 моль/л эквивалента)

Содержимое ампулы стандарт-титра тиосульфата натрия количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 1000 мл, добавьте 300–400 мл дистиллированной воды, растворите содержимое ампулы в воде, доведите объем дистиллированной водой до метки и перемешайте. Раствор поместите в освободившийся флакон из-под соответствующего раствора, отметив дату приготовления на этикетке. Срок годности раствора — 3 мес.

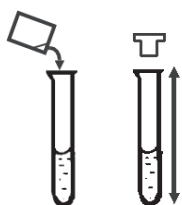
Приготовление раствора йода (0,1 моль/л эквивалента)

Содержимое ампулы стандарт-титра йода количественно перенесите в мерную колбу вместимостью 500 мл, добавьте 200–300 мл дистиллированной воды, растворите содержимое ампулы в воде и доведите объем дистиллированной водой до метки. Раствор поместите в освободившийся флакон из-под соответствующего раствора, отметив дату приготовления на этикетке. Срок годности раствора — 3 мес.

Приготовление раствора крахмала**1.**

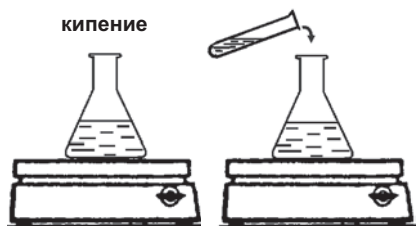
В коническую колбу поместите 50 мл дистиллированной воды. Из колбы перелейте 7–8 мл воды в пробирку.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



2.

В пробирку полностью перенесите содержимое капсулы с крахмалом. Пробирку закройте пробкой, содержимое взболтайте для образования суспензии крахмала.



3.

Коническую колбу с оставшимся объемом воды поставьте на плитку с закрытой спиралью и доведите воду до кипения. В кипящую воду полностью перенесите суспензию из пробирки. Смесь доведите до кипения.

Раствор крахмала охладите и храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке. Раствор устойчив в течение 4–5 дней. Раствор крахмала после его охлаждения можно стабилизировать добавлением 2–3 капель хлороформа. Срок годности стабилизированного раствора крахмала — 1 мес. при хранении при комнатной температуре и 4 мес. — при хранении в холодильнике (2–5°C).

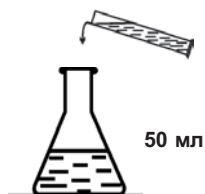
Рекомендуется приготовление свежего раствора крахмала накануне выполнения определений.

ОТБОР ПРОБ

Пробу воды для определения сероводорода и сульфидов отбирайте в склянку вместимостью 250 мл из состава изделия. Допускается для отбора проб использовать бутылки из полимерного материала или стекла иной вместимости, но не более 250 мл. Емкости с пробами заполняют полностью (до краев), чтобы в сосуде на стенках не осталось пузырьков воздуха. Определение следует проводить как можно скорее. При необходимости хранения пробы ее консервируют добавлением 1 мл 50%-ного раствора гидроксида натрия к пробе объемом 250 мл. Максимальный рекомендуемый срок хранения консервированных проб — не более 24 ч.

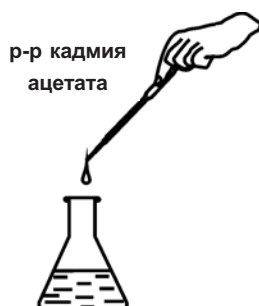
Подробнее об отборе и подготовке проб см. в разделе 5.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

Ополосните колбу коническую несколько раз анализируемой водой. Налейте в колбу с использованием мерного цилиндра 50 мл анализируемой воды (до метки «50 мл»).

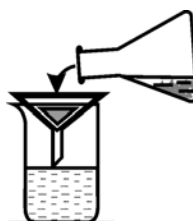


2.

Проведите осаждение. Для этого добавьте пипеткой полимерной 2,0 мл раствора кадмия ацетата.

Примечание.

При концентрациях сероводорода 10 мг/л и более образуется осадок ярко-оранжевого цвета. При концентрациях сероводорода менее 10 мг/л раствор окрашивается в желтый цвет, осадок не наблюдается.



3.

Соберите установку для фильтрования, для этого поместите бумажный фильтр в воронку, а воронку с фильтром — в стакан.

4.

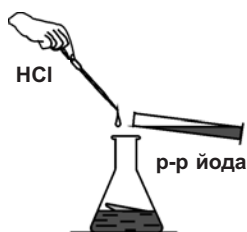
Отфильтруйте осадок через бумажный фильтр, после чего осадок на фильтре промойте 50 мл горячей (~ 60–70°C) дистиллированной воды.



5.

Поместите фильтр с осадком в колбу, в которой проводили осаждение.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

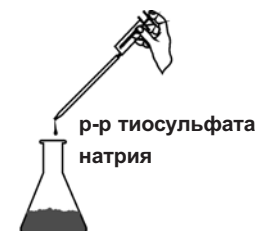


6.

Добавьте в колбу с использованием мерного цилиндра 25 мл раствора йода и пипеткой полимерной — 1,0 мл раствора соляной кислоты.

7.

Измельчите фильтр стеклянной палочкой, хорошо перемешайте до полного растворения осадка с фильтра.



8.

Проведите титрование содержимого колбы раствором тиосульфата натрия с использованием градуированной пипетки, соединенной со шприцем-дозатором. Титрование проводите до появления слабо-желтой окраски раствора.



9.

Добавьте пипеткой полимерной 0,5 мл раствора крахмала (раствор в колбе синее) и продолжайте титрование по каплям при перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Примечание. По завершении титрования пробу необходимо выдержать еще 0,5 мин. для полного завершения реакции. В случае восстановления окраски необходимо добавить по каплям еще некоторое количество раствора тиосульфата.



10.

Определите по шкале объем раствора тиосульфата натрия, израсходованный на титрование (V_{TC} , мл):

$$V_{TC} = V_0 - V_K$$

11.

Рассчитайте суммарное содержание сероводорода, сульфид- и гидросульфид-ионов в пересчете на сероводород (C_C) мг/л по формуле:

$$C_C = \frac{(V_I - V_{TC}) \times 1,70 \times 1000}{V} = (25 - V_{TC}) \times 34,$$

где V_I — объем прибавленного раствора йода, 25 мл;
 V_{TC} — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на обратное титрование, мл;
 1,70 — масса сероводорода, эквивалентная 1 мл раствора йода с концентрацией 0,1 моль/л эквивалента, мг;
 1000 — коэффициент пересчета из миллилитров в литры;
 V — объем анализируемой воды, 50 мл;

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении сероводорода и сульфидов может быть выполнен путем анализа приготовленных контрольных растворов, имеющих известное содержание сульфид-аниона.

6.23. Солесодержание общее, натрий и калий, сухой остаток (расчетные методы)

В настоящем руководстве показатели данной группы определяются расчетным методом на основании значений концентраций главных ионов, уже известных по результатам выполненных определений. Показателями, значения концентраций которых требуются для расчетов, являются: из катионов — кальций и магний, а также общая жесткость (см. п. 6.8), из анионов — гидрокарбонат, карбонат, нитрат, нитрит, сульфат и хлорид (см. пп. 6.10, 6.16, 6.17, 6.24, 6.30). Учитывая, что значения концентраций нитрата и нитрита в питьевой и природной воде обычно много меньше того же для главных анионов, при отсутствии результатов анализа нитрата и нитрита можно их при расчете не учитывать.

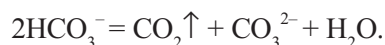
При расчете общего солесодержания суммируются концентрации главных анионов в ммоль-эквивалентной форме. Для этого их массовые концентрации, определенные при анализе и выраженные в мг/л, умножаются на коэффициенты перевода их концентраций в ммоль-эквивалентную форму, после чего проводят суммирование.

Значения концентраций катионов натрия и калия рассчитывают исходя из того положения, что среди растворимых солей, в питьевой и природной водах,

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

присутствуют натрий, калий, кальций и магний. Концентрация магния рассчитывается исходя из общей жесткости и кальция (см. п. 6.8), а концентрацию калия условно учитывают в виде концентрации катиона натрия.

При определении сухого остатка расчетным методом суммируются полученные в результате анализов концентрации растворенных в воде минеральных солей, а также органических веществ. Для питьевой и природной воды расчетная величина сухого остатка практически равна сумме массовых концентраций анионов (карбоната, гидрокарбоната, хлорида, сульфата) и катионов (кальция и магния, а также определяемых расчетным методом натрия и калия). В отличие от расчетного метода определения общего солесодержания, при экспериментальном определении сухого остатка* гидрокарбонат суммируют в количестве 50%. Это необходимо для приведения данного расчетного метода к условиям гравиметрического определения сухого остатка, при котором, при нагревании выпариваемой пробы до 103–105°C, протекает химическая реакция разложения гидрокарбонат-иона:



В результате этой реакции теряется около 50% массы содержащегося в пробе гидрокарбонат-аниона.

Величина сухого остатка для поверхностных вод водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования не должна превышать 1 г/л (в отдельных случаях допускается до 1,5 г/л).

А. Общее солесодержание

Для расчета общего солесодержания (А) по сумме концентраций главных анионов в ммоль-эквивалентной форме их массовые концентрации, определенные при анализе и выраженные в мг/л, умножьте на коэффициенты, указанные в табл. 14.

Таблица 14

**Коэффициенты пересчета концентраций
из мг/л в ммоль/л эквивалента**

Анионы	Коэффициент	Анионы	Коэффициент
Гидрокарбонат	0,0164	Сульфат	0,0208
Карбонат	0,0333	Нитрат	0,0161
Хлорид	0,0282	Нитрит	0,0217

* Экспериментально сухой остаток определяют гравиметрическим методом, однако для питьевой и природной воды этот показатель с достаточной точностью определяется приведенным расчетным методом.

6.23. Солесодержание общее, натрий и калий, сухой остаток

Полученные значения далее просуммируйте:

$$A = C_{ГК} + C_K + C_C + C_{ХЛ} + C_{Нитрат} + C_{Нитрит},$$

где $C_{ГК}$, C_K , C_C , $C_{ХЛ}$, $C_{Нитрат}$, $C_{Нитрит}$ — концентрации ионов гидрокарбоната, карбоната, сульфата, хлорида, нитрата и нитрита соответственно, в ммоль/л эквивалента.

Примечание. При отсутствии результатов анализа нитрата и нитрита при расчете можно их не учитывать.

Полученный результат общего солесодержания (A) в ммоль/л эквивалента округлите до целых чисел.

В. Натрий и калий

Массовую концентрацию катиона натрия ($C_{НА}$) в мг/л рассчитайте по формуле:

$$C_{НА} = (A - C_{ОЖ}) \times 23,$$

где A — сумма концентраций главных анионов (определяют с использованием данных табл. 12), ммоль/л эквивалента;

$C_{ОЖ}$ — значение общей жесткости, ммоль/л эквивалента;

23 — атомная масса натрия, г/моль.

Концентрация катиона калия в данном расчете (для питьевой и природной воды) условно учитывается в виде концентрации катиона натрия ($C_{НА}$).

С. Сухой остаток

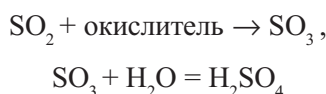
Значение сухого остатка ($M_{СО}$) в единицах массовой концентрации рассчитайте, суммируя результаты определения массовых концентраций главных ионов, выраженные в мг/л (гидрокарбонат суммируют в количестве 50%):

$$M_{СО} = 0,5 \times C_{ГК} + C_K + C_C + C_{ХЛ} + C_{КА} + C_{МГ} + C_{НА}$$

Полученный результат округлите до целых чисел.

6.24. Сульфаты

Сульфаты — распространенные компоненты природных вод. Их присутствие в воде обусловлено растворением некоторых минералов — природных сульфатов (гипс), а также переносом с дождями содержащихся в воздухе сульфатов. Последние образуются при реакциях окисления в атмосфере оксида серы (IV) до оксида серы (VI), образования серной кислоты и ее нейтрализации (полной или частичной):

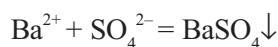


Наличие сульфатов в промышленных сточных водах обычно обусловлено технологическими процессами, протекающими с использованием серной кислоты (производство минеральных удобрений, химическая промышленность). Сульфаты в питьевой воде не оказывают токсического воздействия на человека, однако ухудшают вкус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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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



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

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

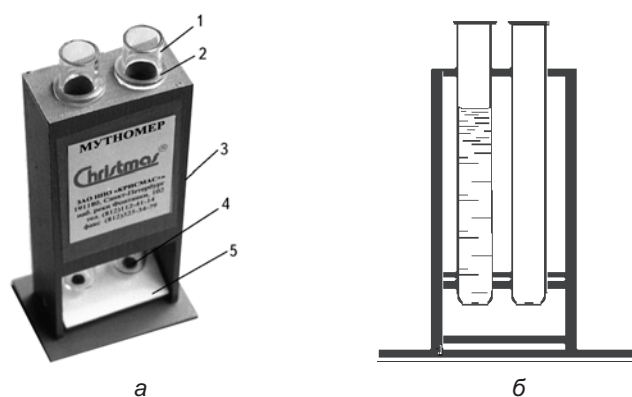


Рис. 13. Мутномер с мутномерными пробирками:

а — общий вид; б — в разрезе;

1 — мутномерная пробирка; 2 — ограничительное кольцо; 3 — корпус мутномера;
4 — черная точка; 5 — экран мутномера.

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

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

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

ОТБОР ПРОБ

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

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

А. Определение сульфат-ионов визуально-турбидиметрическим методом

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

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

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

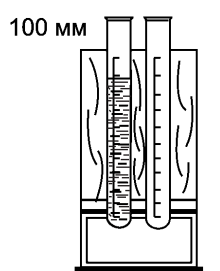
Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

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

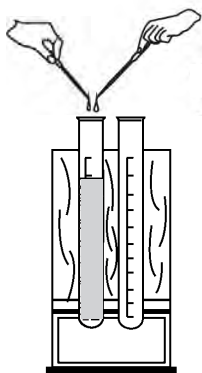
В каждое отверстие мутномера вставляют мутномерную пробирку с надетым на нее резиновым кольцом в положении, фиксирующем пробирку таким образом, чтобы нижняя ее часть была выдвинута в вырез мутномера на расстояние около 1 см (при этом дно пробирки окажется на требуемом расстоянии — около 2 см от экрана).

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



1.

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

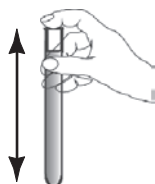


2.

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



Соблюдайте осторожность:
нитрат бария токсичен!



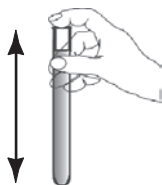
5–7 мин.

3.

Закройте пробирку пробкой и встряхните, чтобы перемешать содержимое.

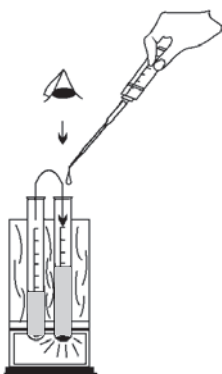
4.

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



5.

Закрытую пробирку снова встряхните, чтобы перемешать содержимое.



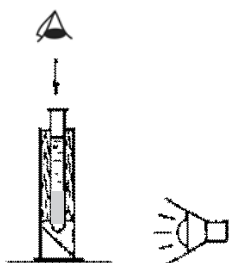
6.

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

Примечания.

1. Установите вращающийся экран мутномера так, чтобы обеспечить максимальную освещенность дна пробирки с рисунком.
2. Если изображение на дне мутномерной пробирки возникает при высоте столба суспензии менее 40 мм, пробу разбавьте дистиллированной водой в зависимости от предполагаемой концентрации сульфат-ионов и определение повторите.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



7.

Продолжайте переносить суспензию во вторую пробирку до тех пор, пока не скроется изображение рисунка. Измерьте высоту столба суспензии во *второй* пробирке (h_2 , мм).

8.

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

$$h = \frac{h_1 + h_2}{2}$$

9.

По табл. 15 определите концентрацию сульфат-иона в пробе ($C_{пр}$), в мг/л.

Таблица 15

Определение концентрации сульфат-иона

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

10.

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

$$C_c = C_{пр} \times K,$$

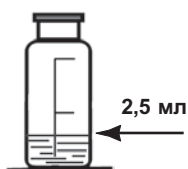
где $C_{пр}$ — концентрация сульфат-ионов в пробе, определенная по табл. 15;
 K — коэффициент разбавления анализируемой воды.

В. Определение сульфат-ионов титриметрическим методом**ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ**

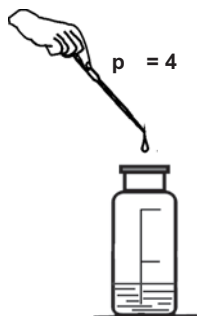
Воронка лабораторная, пипетка-капельница полимерная на 1 мл и 3 мл, пипетка градуированная для титрования с отрезком трубки и шприцем-дозатором, склянка с меткой «2,5 мл», фильтры бумажные.

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

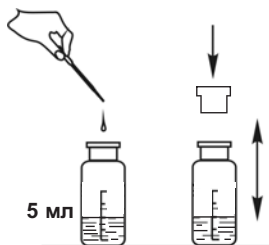
Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ**1.**

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

**2.**

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

**3.**

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



4.

Соедините шприц-дозатор с пипеткой для титрования. С помощью шприца наберите в пипетку для титрования раствор хлорида бария. Постепенно, по каплям, титруйте содержимое склянки раствором хлорида бария до появления не исчезающей зеленовато-голубой окраски.

Примечание.

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



Соблюдайте осторожность:
хлорид бария токсичен!



← Исходный
объем / V_O /

← Конечный
объем / V_K /

5.

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

$$V = V_O - V_K$$

6.

Рассчитайте концентрацию сульфатов (C_c , мг/л) в анализируемой воде по формуле:

$$C_c = \frac{48,03 \times V \times C_B \times 1000}{V_{\Pi}} = 384 \times V,$$

где 48,03 — молярная масса эквивалента сульфат-иона, г/моль;
 V — объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование, мл;
 C_B — концентрация раствора хлорида бария, используемого для титрования, 0,02 моль/л эквивалента;
1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы;
 V_{Π} — объем пробы, взятой для титрования, 2,5 мл.

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

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

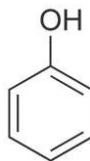
Концентрация сульфат-ионов в анализируемой воде составляет 192 мг/л.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.25. Фенолы

Фенолы представляют собой производные бензола с одной или несколькими гидроксильными группами. Простейшим представителем соединений этого класса является фенол (карболовая кислота, или гидроксилбензол) $\text{C}_6\text{H}_5\text{OH}$, имеющий следующую структурную формулу:



Фенолы в естественных условиях образуются в процессе метаболизма водных организмов, при биохимическом распаде и трансформации органических веществ, протекающих как в водной толще, так и в донных отложениях. Значительное загрязнение фенолами воды водоемов вызывает разложение древесины, происходящее при молевом сплаве леса.

Фенолы являются одним из наиболее распространенных загрязнителей, поступающих в поверхностные воды со стоками предприятий нефтеперерабатывающей, сланцеперерабатывающей, лесохимической, коксохимической, анилинокраочной промышленности и др. Сброс фенольных вод в водоемы и водотоки резко ухудшает их общее санитарное состояние, оказывая влияние на живые организмы не только своей токсичностью, но и значительным изменением режима биогенных элементов и растворенных газов (кислорода, углекислого газа).

В поверхностных водах фенолы могут находиться в растворенном состоянии в виде фенолятов, фенолят-ионов и свободных фенолов. Фенолы — соединения нестойкие и подвергаются биохимическому и химическому окислению, причем простые (одноатомные) фенолы подвержены, главным образом, биохимическому разложению.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

мическому окислению. Многоатомные фенолы разрушаются в основном путем химического окисления.

Концентрация фенолов в поверхностных водах подвержена сезонным изменениям. В летний период содержание фенолов падает, т.к. с ростом температуры увеличивается скорость их распада.

С точки зрения аналитического определения фенолы подразделяют на летучие (т.е. способные к отгонке с паром) и нелетучие.

К летучим фенолам относятся простой фенол; три крезолы (метилфенолы, $\text{CH}_3\text{C}_6\text{H}_4\text{OH}$); шесть ксиленолов (диметилфенолы, $(\text{CH}_3)_2\text{C}_6\text{H}_3\text{OH}$); гваякол (*о*-метоксифенол, $\text{CH}_3\text{OC}_6\text{H}_4\text{OH}$); тимол (3-гидрокси-*n*-цимол, $\text{C}_{10}\text{H}_{14}\text{O}$) и многие их замещенные.

К нелетучим фенолам относятся также различные соединения: резорцин (*m*-дигидроксibenзол, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$); пирокатехин (*о*-дигидрокси-бензол, $\text{C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$); пирогаллол (1,2,3-три-гидроксibenзол, $\text{C}_6\text{H}_3(\text{OH})_3$); α -нафтол (1-нафтол, $\text{C}_{10}\text{H}_7(\text{OH})$); гидрохинон (*n*-дигидроксibenзол, $\text{p-C}_6\text{H}_4(\text{OH})_2$); β -нафтол (2-нафтол, $\text{C}_{10}\text{H}_7(\text{OH})$) и др.

В токсикологическом и органолептическом отношении фенолы неравноценны. Летучие с паром фенолы более токсичны и обладают более интенсивным запахом при хлорировании. Наиболее резкие запахи дают простой фенол и крезолы. При контроле содержания фенолов в воде обычно определяют концентрацию именно летучих фенолов (данный показатель часто называют также *фенольным индексом*).

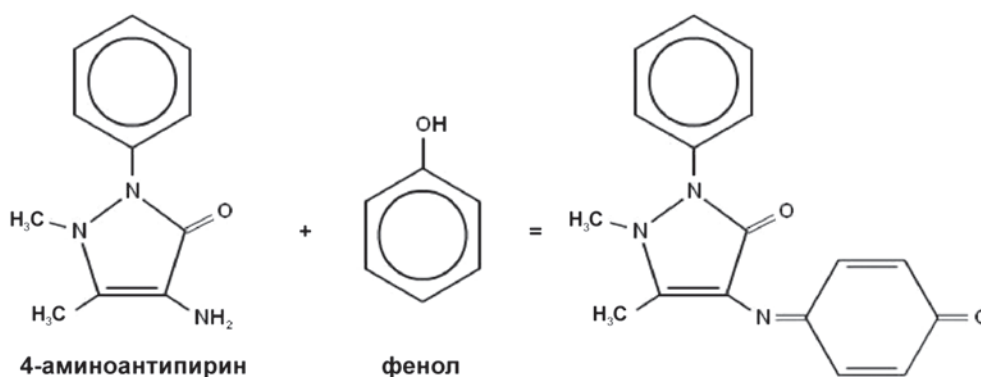
В результате хлорирования воды, содержащей фенолы, образуются устойчивые соединения хлорфенолов, малейшие следы которых (0,1 мкг/л) придают воде характерный неприятный привкус. Именно по этой причине ПДК летучих фенолов для воды водоемов ХПН при отсутствии хлорирования установлено равным 0,1 мг/л, в то время как в присутствии хлорирования тот же норматив составляет 0,001 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический.

ПДК для нелетучих фенолов установлены в пределах 0,1–0,4 мг/л. Поскольку нормативы на содержание в воде нелетучих фенолов различны, их определяют (при необходимости) отдельно, используя для этой цели специальные селективные методы.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения суммарной массовой концентрации летучих фенолов (фенольного индекса) является экстракционно-колориметрическим (МВИ-12-163-11, РД 52.24.480-95) и применяется при контроле питьевой, природной, а также очищенных сточных вод.

Определение летучих фенолов данным методом не требует отгонки фенолов и основано на реакции их окисления в щелочном буферном растворе ($\text{pH} = 10 \pm 0,2$) при взаимодействии с индикатором 4-аминоантипирином в присутствии восстановителя гексацианоферрата (III) калия, протекающей с образованием интенсивно окрашенного в желтый цвет соединения по схеме:



Для увеличения чувствительности определения окрашенный продукт реакции концентрируется методом экстракции из водной среды хлороформом с последующим анализом экстракта на содержание фенолов. Важно поддержание pH на требуемом уровне, т.к. при более высоких и низких значениях pH с индикатором реагируют вещества, не относящиеся к фенолам (например, анилин, кетоны). Кроме того, при pH более 10,2 возникающая окраска растворов нестабильна.

Концентрацию летучих фенолов в окрашенной пробе определяют путем колориметрирования хлороформного экстракта окрашенного продукта визуальным колориметрическим либо фотоколориметрическим способом.

Мешающее влияние на определение фенолов данным методом могут оказывать окислители (например, содержащие активный хлор), большие количества нефтепродуктов и смол, однако их влияние, за исключением активного хлора (см. «Отбор и консервация проб»), считается незначимым.

Диапазон определяемых концентраций летучих фенолов в воде: при визуальном колориметрическом определении — от 0,02 до 0,5 мг/л; при фотоколориметрическом определении — от 0,002 до 0,05 мг/л.

Объем пробы — 250 мл, продолжительность анализа — не более 1 часа (включая проведение экстракции).

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Бутыль калиброванная на 500 мл с пробкой, воронка делительная ВД-1-500, воронка лабораторная, пипетка градуированная на 5 мл, пипетка полимерная на

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

3 мл (4 шт.), склянка для колориметрирования с пробкой (2 шт.), склянка для хранения раствора 4-аминоантипирина, склянка для хранения раствора гексацианоферрата (III) калия, стакан для приготовления растворов, цилиндр мерный на 25 мл.

4-аминоантипирин (в капсулах по 0,5 г), гексацианоферрат (III) калия (в капсулах по 2,0 г), раствор буферный аммонийно-аммиачный, хлороформ.

Фильтры «синяя лента».

Примечание. Бутыль калиброванная на 500 мл с пробкой в состав изделия не входит.

Контрольная шкала цветных образцов окраски для определения фенолов (0; 0,02; 0,10; 0,20; 0,50 мг/л).

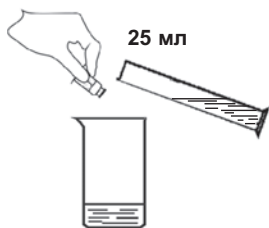
При фотоколориметрическом определении: набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест–2020» с кюветой из стекла 10 мм или аналогичного типа.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

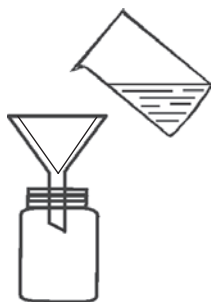
ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

Подготовка к проведению анализа состоит в приготовлении некоторых растворов, имеющих ограниченные сроки годности. Указанные растворы рекомендуется приготавливать в количествах, не превышающих текущей потребности в них с учетом срока годности.

Приготовление раствора 4-аминоантипирина

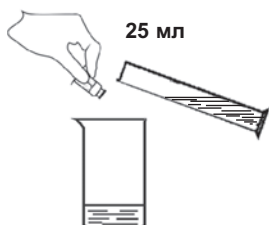


В стакан для приготовления растворов с помощью цилиндра поместите 25 мл дистиллированной воды. Туда же перенесите содержимое 1 капсулы (0,50 г) 4-аминоантипирина. Реактив растворите в воде, после чего раствор отфильтруйте.



Фильтрат перенесите в склянку для хранения раствора 4-аминоантипирина из состава изделия, отметив дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора: при хранении в холодильнике (2–5°C) — 1 неделя, при комнатной температуре в темном месте — не более 3 дней. Для выполнения определений пригоден раствор, имеющий бледно-желтую окраску. При появлении темно-желтой или бурой окраски приготовьте свежий раствор.

Приготовление раствора гексацианоферрата (III) калия

В стакан для приготовления растворов с помощью цилиндра поместите 25 мл дистиллированной воды. Туда же перенесите содержимое 1 капсулы (2 г) гексацианоферрата (III) калия. Реактив растворите в воде, после чего раствор отфильтруйте. Фильтрат перенесите в склянку для хранения раствора гексацианоферрата (III) калия из состава изделия, отметив дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности раствора: при хранении в холодильнике ($2-5^{\circ}\text{C}$) — 1 неделя, при комнатной температуре в темном месте — не более 3 дней.

ОТБОР И КОНСЕРВАЦИЯ ПРОБ

Отбор проб для определения летучих фенолов имеет особенности. Для отбора проб фенолов используйте чистые бутылки (пробоотборники, батометры и т.п.), изготовленные из стекла. Бутылки должны быть предварительно откалиброваны по фактическому объему при температуре воды 20°C и иметь соответствующие отметки (риски) на корпусе. Используйте бутылки объемом 0,5 л — в этом случае для выполнения одного анализа (по двум параллельным определениям) расходуется вся отобранная проба.

Анализ должен быть выполнен не позднее 24-х часов с момента отбора проб при условии их хранения в холодильнике (в темноте, при температуре $2-5^{\circ}\text{C}$). При отсутствии холодильника необходимо провести подщелачивание пробы до $\text{pH } 10 \pm 0,2$. При наличии активного хлора добавьте 20 мг тиосульфата натрия на 1 л пробы.

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

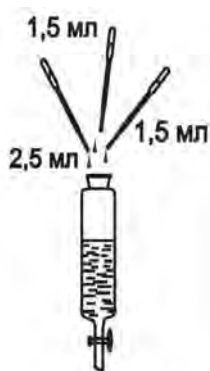
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ**1.**

Ополосните делительную воронку несколько раз анализируемой водой.

Налейте в делительную воронку пробу воды объемом 250 мл.

Если анализируете пробу меньшего объема, например 125 мл, доведите его до 250 мл дистиллированной водой.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



2.

Добавьте в воронку с помощью пипеток полимерных 2,5 мл буферного раствора, 1,5 мл раствора 4-аминоантипирина и 1,5 мл раствора гексацианоферрата (III) калия.

После добавления каждого раствора содержимое делительной воронки перемешивайте встряхиванием.



3.

Содержимое воронки выдержите 15 мин. при комнатной температуре для развития окраски.



4.

Проведите экстракцию окрашенного продукта, для чего добавьте в делительную воронку градуированной пипеткой 2,5 мл хлороформа.



Делительную воронку закройте пробкой и встряхивайте в течение 1–2 мин.



В процессе экстракции необходимо периодически сбрасывать избыточное давление паров хлороформа в делительной воронке, для чего располагайте ее вертикально краном вверх и слегка приоткрывайте кран.

10 мин.

**5.**

Воронку оставьте на 10 мин. для расслоения жидкостей.

**6.**

После расслоения жидкостей нижний (хлороформный) слой слейте в склянку для колориметрирования, а экстракцию верхнего окрашенного слоя повторите дважды по 2,5 мл хлороформа.

Все экстракты объедините, сливая в одну и ту же склянку для колориметрирования.

**7.**

Проведите колориметрирование пробы.

При визуально-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы.

Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз.

Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации летучих фенолов (фенольного индекса) в мг/л.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



8.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в **стеклянную** кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 470 нм относительно холостой пробы.

Примечание.

В данном определении необходимо использовать стеклянную кювету во избежание ее разрушения при контакте с экстрагентом.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-12-163-11, рассчитайте массовую концентрацию летучих фенолов (фенольный индекс) в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации летучих фенолов автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении фенолов может быть выполнен путем анализа специально приготовленного из ГСО раствора фенола очищенного при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.26. Формальдегид

Формальдегид (CH_2O , метаналь, муравьиный альдегид) — типичный техногенный загрязнитель окружающей среды. Основная часть производимого промышленностью формальдегида идет на изготовление древесностружечных материалов, где он используется для получения карбамидной и фенолформальдегидной смол. Формальдегид также широко применяется при изготовлении пластмасс (таких, как фенопласты и аминопласты), искусственных волокон; из него получают пентаэритрит (сырье для производства взрывчатых веществ и пластификаторов) и т.п.

Соответственно, загрязнителями водоемов формальдегидом являются сточные воды цехов по производству разнообразных, содержащих фенолформальдегидные и др. смолы, древесностружечных плит; производств органического синтеза, пластмасс, лаков, красок; предприятий кожевенной, текстильной и целлюлозно-бумажной промышленности. Особенно значимое загрязнение формальдегидом водоемов происходит при аварийных сбросах неочищенных сточных вод.

Использование в водоснабжении материалов из некачественных полимеров приводит к появлению формальдегида в водопроводной воде.

Формальдегид считается ксенобиотиком и характеризуется широким спектром токсического действия на организм человека. Обладает аллергенным действием, может провоцировать кожные заболевания, негативно воздействует на генетический материал, репродуктивные органы, дыхательные пути, печень, кожный покров и др. Оказывает сильное действие на центральную нервную систему, что связано с превращением формальдегида в организме человека в метанол и муравьиную кислоту. Формальдегид внесен в список канцерогенных веществ.

В природных водах формальдегид постепенно разлагается с помощью микроорганизмов (биodeградация). Этим объясняется различие в нормировании его содержания в воде водоемов хозяйственно-питьевого и рыбохозяйственного назначения.

ПДК формальдегида в воде установлено: для водоемов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования — 0,05 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический (2 класс опасности); для рыбохозяйственных водоемов — 0,1 мг/л, лимитирующий показатель вредности — токсикологический (4 класс опасности).

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения концентрации формальдегида является колориметрическим и предназначен для анализа проб поверхностных и очищенных сточных вод. Определение проводится по МВИ-09-164-11 основано на окислении фенилгидразина до фенилгидразона гексацианоферратом (III) калия. Промежуточный продукт вступает в реакцию конденсации с формальдегидом, образуя продукт красно-оранжевого цвета.

Определению мешают альдегиды, образующие в условиях анализа окрашенные соединения.

Окрашенная проба колориметрируется визуально либо фотоколориметрически.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Диапазон определяемых концентраций формальдегида в воде: при визуаль-но-колориметрическом определении — от 0,05 до 2 мг/л; при фотоколориметри-ческом определении — от 0,03 до 0,4 мг/л.

Объем пробы — 10 мл, продолжительность анализа — не более 40 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Воронка лабораторная полимерная, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (3 шт.) и 3 мл, пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит) склянка для колориметрирования мерная с пробкой и метками «10 мл», «20 мл» (2 шт.), стакан с меткой «25 мл», стеклянная палочка.

Фильтры «белая лента».

Дистиллированная вода, гексацианоферрат (III) калия (в капсулах по 1,25 г), изопропиловый спирт, раствор гидроксида натрия (10%), флакон для раствора гек-сацианоферрата (III) калия, флакон с навеской (1,9 г) фенилгидразина.

Примечание. Вода дистиллированная в состав изделия не входит.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски проб «Формальдегид» (0; 0,05; 0,20; 0,50; 2,0 мг/л).

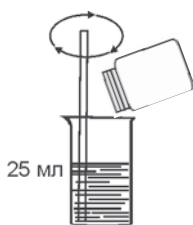
При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест–2020» или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К ПРОВЕДЕНИЮ АНАЛИЗА

Подготовка к проведению анализа состоит в приготовлении растворов фе-нилгидразина и гексацианоферрата калия. Указанные растворы неустойчивы при хранении, поэтому их необходимо приготовить в день анализа.

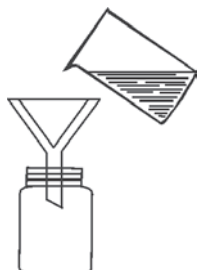
Приготовление раствора фенилгидразина



Перенесите полностью навеску 1,9 г фенилгидразина из флакона в стакан.

Ополосните флакон 10–15 мл дистиллированной воды и перелейте ее в стакан.

Прибавьте дистиллированную воду до метки «25 мл» и перемешайте раствор стеклянной палочкой до полного растворения реактива.

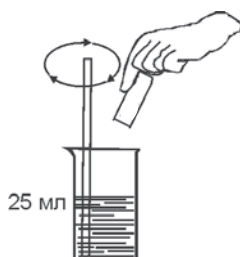


Раствор отфильтруйте через бумажный фильтр в освобожденный флакон.

Раствор фенилгидразина следует использовать в день приготовления.

При израсходовании раствора или истечении срока годности приготовьте свежий раствор, используя новый флакон с навеской фенилгидразина.

Приготовление раствора гексацианоферрата калия



Перенесите полностью навеску 1,25 г гексацианоферрата калия из капсулы в стакан.

Прибавьте дистиллированную воду до метки «25 мл» и перемешайте раствор стеклянной палочкой до полного растворения реактива.



Готовый раствор перелейте во флакон, предназначенный для данного раствора. Раствор гексацианоферрата калия следует использовать в день приготовления.

ОТБОР ПРОБ

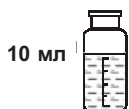
Для отбора проб при определении формальдегида используются герметично закрывающиеся бутылки из стекла.

Анализ проб следует проводить не позднее 6 ч. после отбора проб при хранении их при температуре не более 10 °С без консервирования, либо в течение 10 суток при условии консервирования пробы серной кислотой из расчета 5 мл раствора серной кислоты (1:1) на 1 л пробы.

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



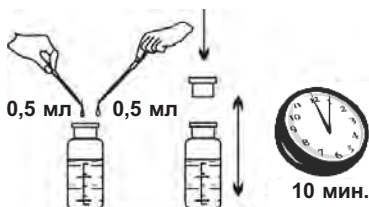
1.

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой.

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

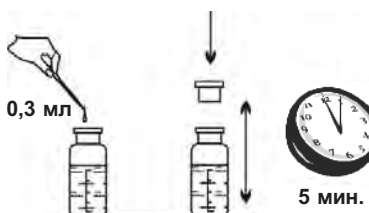


2.

Добавьте в склянку разными пипетками 0,5 мл изопропилового спирта и 0,5 мл раствора фенилгидразина.

Закройте склянку пробкой и перемешайте.

Выдержите раствор 10 мин.



3.

Добавьте в склянку пипеткой 0,3 мл раствора гексацианоферрата (III) калия.

Закройте склянку пробкой и перемешайте.

Выдержите раствор 5 мин.

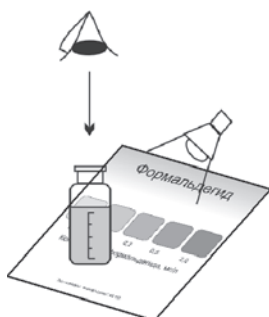


4.

Добавьте в склянку пипеткой 2,0 мл раствора гидроксида натрия (10%).

Закройте склянку пробкой и перемешайте.

Выдержите раствор 4 мин.

**5.**

Проведите колориметрирование пробы.

При визуальном-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы.

Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз.

Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации формальдегида в мг/л.

**6.**

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 525 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-09-164-10, рассчитайте массовую концентрацию формальдегида в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации формальдегида автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности может быть выполнен путем анализа стандартного раствора формальдегида, приготовленного из формалина либо из ГСО, при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.27. Фосфаты и общий фосфор

Соединения фосфора могут поступать в водоемы с поверхностным стоком сельскохозяйственных полей, стоками ферм, недоочищенными или неочищенными бытовыми сточными водами, а также со стоками некоторых производств. Наличие избытка соединений фосфора приводит к резкому неконтролируемому приросту растительной биомассы водного объекта (эвтрофикации). Особенно характерен данный процесс для малопроточных и непроточных водоемов. В результате происходит изменение трофического статуса водоема, сопровождающееся перестройкой всего водного сообщества и ведущее к преобладанию гнилостных процессов. Это сопровождается возрастанием мутности, солености, концентрации бактерий, снижением концентрации растворенного кислорода.

В природных и сточных водах фосфор может присутствовать в разных видах. В растворенном состоянии фосфор может находиться в виде ортофосфорной кислоты (H_3PO_4) и ее анионов (H_2PO_4^- , HPO_4^{2-} , PO_4^{3-}), в виде мета-, пиро- и полифосфатов (эти вещества используют для предупреждения образования накипи, они входят также в состав моющих средств). Кроме того, существуют разнообразные фосфорорганические соединения — нуклеиновые кислоты, нуклеопротеиды, фосфолипиды и др., которые также могут присутствовать в воде, являясь продуктами жизнедеятельности или разложения организмов. К фосфорорганическим соединениям относятся также некоторые пестициды.

Фосфор может содержаться и в виде нерастворимых соединений (т.н. *твердая фаза воды*) — природных минералов, белковых, органических фосфорсодержащих соединений, остатков умерших организмов и др. Фосфор в твердой фазе в природных водоемах обычно находится в донных отложениях, но может и присутствовать в виде взвешенных в воде труднорастворимых фосфатов.

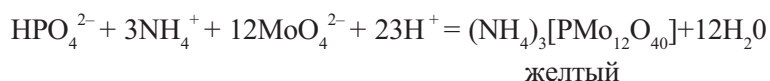
Нормативы содержания соединений фосфора в воде приводятся в пересчете на фосфат-ион* (PO_4^{3-}); используется также пересчет непосредственно на фосфор (Р). Соответственно может быть рассчитана массовая концентрация конкретных соединений.

ПДК фосфат-иона для питьевой воды и воды водоемов хозяйственно-бытового назначения составляет 3,5 мг/л (в пересчете на фосфор — 1,1 мг/л), для водоемов рыбохозяйственного назначения — 0,2 мг/л, лимитирующий показатель вредности — органолептический.

* Исключение составляют фосфорорганические пестициды, которые образуют особую группу токсичных соединений и аналитически определяются в воде специальными методами.

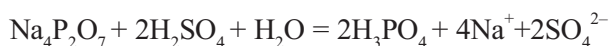
МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения фосфатов является колориметрическим (МВИ-05-240-10, ПНД Ф 14.1:2.112-97(2004), ИСО 6878) и пригоден для анализа питьевой, природной и очищенной сточной воды. Определение основано на реакции фосфат-иона с молибдатом аммония в кислой среде с образованием соли фосфорно-молибденовой гетерополикислоты:



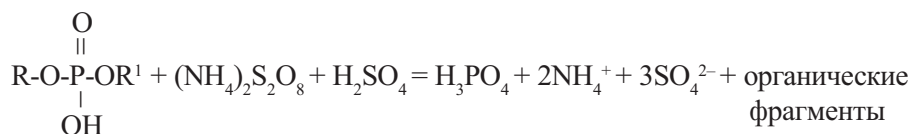
Образующийся при этом желтый продукт далее, под действием восстановителя — аскорбиновой кислоты в присутствии сурьмяно-виннокислого калия (антимонилтартрата калия), превращается в комплекс — восстановленную форму фосфорно-молибденовой гетерополикислоты, окрашенную в интенсивно-голубой цвет. В данную реакцию из всех возможно присутствующих в воде фосфатов непосредственно вступают только ортофосфаты. В реакцию не вступают полифосфаты и сложные эфиры фосфорной кислоты.

Для определения полифосфатов их предварительно переводят в ортофосфаты путем кислотного гидролиза в присутствии серной кислоты. В тех же условиях, что и полифосфаты (т.е. после кислотного гидролиза), определяются также многие сложные эфиры фосфорной кислоты. Реакция кислотного гидролиза на примере пиродифосфата протекает следующим образом:



При анализе фосфатов в гидролизованной пробе непосредственно определяется сумма ортофосфатов и полифосфатов; концентрация же полифосфатов рассчитывается как разность между результатами анализа гидролизованной и негидролизованной пробы.

Некоторые фосфорсодержащие органические соединения могут быть определены только после их минерализации, называемой иногда также «мокрым сжиганием». Минерализация фосфорсодержащих органических соединений проводится при кипячении пробы с добавлением кислоты и сильного окислителя — персульфата аммония. Реакция протекает по уравнению:



6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

После проведения минерализации пробы, которая приводит к превращению в ортофосфаты все, даже нерастворимые, соединения фосфора, присутствующие в воде, определяется содержание *общего фосфора*, т.е. суммарной концентрации свех фосфорсодержащих соединений в пересчете на фосфор. Однако для природных вод, не содержащих или содержащих незначительное количество трудногидролизующихся фосфатов в твердой фазе, минерализации обычно не требуется, и полученный при анализе гидролизованной пробы результат может с хорошим приближением быть принят за содержание общего фосфора.

Определению ортофосфатов мешают сульфиды и сероводород, а также нитриты, хроматы, железо в концентрациях, встречающихся только в загрязненных природных или сточных водах. Способ устранения мешающих влияний приведен в описании выполнения определения. Сильнокислые и сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуют.

Окрашенная проба колориметрируется визуально либо фотоколориметрически.

Диапазон определяемых концентраций фосфат-иона в воде: при визуально-колориметрическом определении — от 0,5 до 7 мг/л; при фотоколориметрическом определении (МВИ-05-240-10) — от 0,01 до 3,5 мг/л (660 нм).

Объем пробы для анализа составляет 10 мл, продолжительность выполнения анализа — около 15 мин. при определении ортофосфатов и не более 60 мин. при определении полифосфатов.

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении растворенных ортофосфатов используются бутылки из стекла. При необходимости проводят фильтрование на месте при отборе проб. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб. Допускается хранение проб ортофосфатов не более 3 суток при условии их консервации добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л воды.

Для отбора проб при определении полифосфатов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Допускается хранение проб ортофосфатов и полифосфатов в течение не более 1 суток при условии их консервации добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л и охлаждении до 2-5 °С.

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

А. Определение фосфат-иона в питьевой и природной воде

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Мерная склянка с метками «5 мл», «10 мл», «20 мл» и пробкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (5 шт.) и на 3 мл (3 шт.), пипетка градуированная на 10 мл (в состав некоторых изделий не входит), пробирка градуированная с пробкой для приготовления раствора аскорбиновой кислоты, пробирка градуированная с пробкой для приготовления смешанного реактива.

Вода дистиллированная, кислота аскорбиновая, раствор сурьмяно-виннокислого калия, раствор для связывания нитритов (раствор сульфаминовой кислоты), раствор молибдата аммония, раствор серной кислоты (2,5 моль/л), раствор серной кислоты 34%-ный

Контрольная цветовая шкала образцов окраски «Ортофосфаты» (0; 0,5; 1,0; 3,5; 7,0 мг/л).

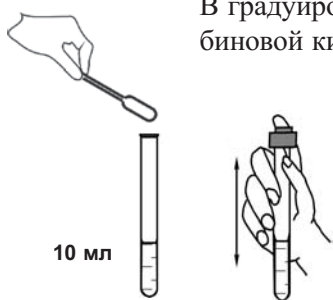
При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест-2020» или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в приготовлении раствора аскорбиновой кислоты и смешанного реактива, имеющих ограниченные сроки годности и расходуемых при анализе.

Приготовление раствора аскорбиновой кислоты



В градуированную пробирку для приготовления раствора аскорбиновой кислоты налейте 10 мл дистиллированной воды, добавьте в воду шпателем 0,2 г аскорбиновой кислоты (1/3 шпателя без горки), закройте крышкой и перемешайте до полного растворения.

Срок годности раствора — 1 сутки.

Раствор храните в той же пробирке, герметично закрыв ее пробкой.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Приготовление смешанного реактива



В градуированную пробирку для приготовления смешанного реактива добавьте с использованием пипеток полимерных

- 5,0 мл раствора серной кислоты (2,5 моль/л);
- 2,0 мл раствора молибдата аммония;
- 2,0 мл раствора аскорбиновой кислоты;
- 1,0 мл раствора сурьмяно-виннокислого калия;
- 12 капель (0,4 мл) раствора для связывания нитритов.

Содержимое пробирки перемешайте. Смешанный реактив готовят непосредственно перед использованием.

Раствор храните в той же пробирке, герметично закрыв ее пробкой.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

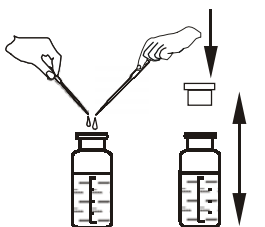


1.

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

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



2.

Добавьте к пробе пипеткой полимерной 1,0 мл смешанного реактива, перемешайте и затем другой пипеткой через 2 мин. — 3 капли раствора аскорбиновой кислоты. Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



Смешанный раствор содержит серную кислоту. Соблюдайте осторожность при выполнении данной операции!



15 мин.

3.

Оставьте пробу на 15 мин. для полного протекания реакции.

**4.**

Выполните колориметрирование пробы.

При визуальном колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз.

Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации фосфат-иона ($C_{\text{Оф}}$) в мг/л.

**5.**

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 660 нм относительно холостой пробы. Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-05-240-10, рассчитайте массовую концентрацию фосфат-иона ($C_{\text{Оф}}$) в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации фосфат-иона автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

В. Определение гидролизующихся полифосфатов и эфиров фосфорной кислоты в питьевой и природной воде

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Оборудование и реактивы — те же, что и для определения фосфат-иона (определение 6.27, А).

Кипелки (стеклянные капилляры), колба коническая термостойкая с меткой «50 мл», холодильник воздушный обратный со шлиф-керном.

Раствор гидроксида натрия (10%), раствор фенолфталена (в состав некоторых изделий не входят).

Плитка электрическая с закрытым нагревательным элементом (в состав изделия не входит).

Цилиндр мерный (в состав некоторых изделий не входит).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

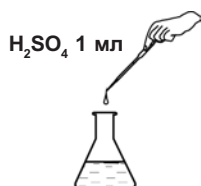


1.

Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой. Налейте в колбу пробу воды до метки «50 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью мерного цилиндра.

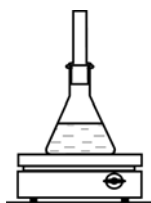


2.

Добавьте к пробе пипеткой 1 мл 34%-ной серной кислоты и несколько кипелок.



Соблюдайте осторожность при добавлении раствора серной кислоты!



кипение 30 мин.

3.

Проведите гидролиз пробы. Для этого присоедините к колбе воздушный обратный холодильник, как показано на рисунке, и поставьте колбу с пробой на плитку. Доведите

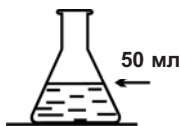
Охлаждение пробы

раствор до кипения и кипятите смесь при минимальной мощности нагревания 30 мин., после чего охладите колбу до комнатной температуры.



4.

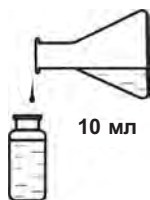
Охлажденную пробу нейтрализуйте. Для этого добавьте в пробу пипетками 2 капли раствора фенолфталеина и, постепенно, 10%-ный раствор гидроксида натрия до появления бледно-розовой окраски раствора по индикатору.



50 мл

5.

Добавьте в колбу до метки «50 мл» дистиллированную воду для возмещения потери воды при кипячении.



10 мл

6.

Отберите часть пробы (10 мл) в мерную склянку и анализируйте ее в соответствии с п. 6.27, А. Полученный результат представляет сумму концентраций ортофосфатов и полифосфатов (C_2) в пересчете на фосфат-ион (PO_4^{3-}).

Определение фосфат-иона по п. 6.27 А

**Определение
фосфат-иона
по п. 6.27, А**

7.

В отдельной пробе анализируемой воды определите концентрацию фосфат-иона ($C_{\text{Оф}}$) в соответствии с п. 6.27, А.

Примечание.

Условия выполнения операций и колориметрирования при определении ортофосфатов и полифосфатов должны быть одинаковы.

8.

Рассчитайте концентрацию полифосфатов ($C_{\text{Пф}}$) в мг/л в пересчете на PO_4^{3-} по формуле:

$$C_{\text{Пф}} = C_{\Sigma} - C_{\text{Оф}},$$

где C_{Σ} — суммарная концентрация полифосфатов и ортофосфатов в гидролизованной пробе в пересчете на PO_4^{3-} , мг/л;

$C_{\text{Оф}}$ — концентрация фосфат-иона в пробе, определенная по п. 6.27, А, мг/л.

***С. Дополнительные операции при определении
ортофосфатов в загрязненных поверхностных и сточных водах***

Приведенные в данной рубрике операции позволяют применять данный метод и тест-комплект (полевую лабораторию) при анализе загрязненных природных и сточных вод. Для этого выполните следующие операции.

1. Сильнокислые и сильнощелочные пробы предварительно нейтрализуйте до значений рН 6–7. Контролируйте рН пробы универсальной индикаторной бумажкой.
2. Мешающее влияние сульфидов и сероводорода (более 3 мг/л по S^{2-}) устраняйте, добавляя к пробе несколько капель разбавленного (розового) раствора перманганата калия до того состояния, когда окраска перманганата перестанет обесцвечиваться после встряхивания пробы 1–2 мин. Далее, выполняя определение, прибавляйте реактивы в обратном порядке: сначала добавьте раствор аскорбиновой кислоты, перемешайте, затем прибавьте смешанный реактив.

Примечание. Розовый раствор перманганата приготовьте растворением нескольких кристаллов перманганата калия в пробирке с дистиллированной водой.

3. Мешающее влияние хроматов (свыше 2 мг/л по CrO_4^{2-}) устраняйте прибавлением реактивов в обратном порядке: сначала добавьте раствор аскорбиновой кислоты, перемешайте, затем прибавьте смешанный реактив.
4. Мешающее влияние железа (свыше 1 мг/л) устраняйте, вводя эквивалентное количество комплексона III (трилона Б).

D. Минерализация и определение общего фосфора

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

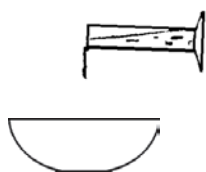
Оборудование и реактивы — те же, что и для определения фосфат-иона, гидролизующихся полифосфатов и эфиров фосфорной кислоты (определения 6.27, А, В).

Колба мерная на 50 мл (в состав некоторых изделий не входит).

Чашка фарфоровая на 200–500 мл.

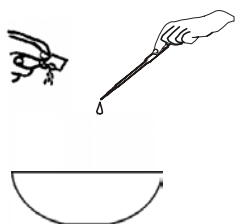
Персульфат аммония в капсулах по 0,5 г.

Шкаф сушильный с термометром (в состав изделия не входит).



1.

Ополосните фарфоровую чашку несколько раз анализируемой водой. Налейте в чашку 50 мл пробы воды с помощью мерного цилиндра.



2.

Высыпьте в чашку содержимое одной капсулы (0,5 г) персульфата аммония и добавьте туда же 1 мл раствора серной кислоты (34%).

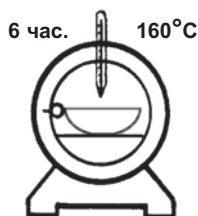


Соблюдайте осторожность при добавлении раствора серной кислоты!



3.

Выпарьте смесь досуха, поместив чашку на нагревательный элемент электрической плитки.



6 час.

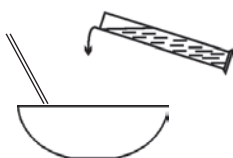
160°C

4.

Поместите чашку в сушильный шкаф и выдержите ее там в течение 6 час. при температуре 160°C, после чего дайте остыть чашке до комнатной температуры (около 30 мин.).



30 мин.
15–35°C

**5.**

После охлаждения к сухому остатку в чашке осторожно прилейте 30 мл дистиллированной воды, перемешивая смесь до растворения солей.

Примечания.

1. Если раствор получился окрашенным, минерализацию повторите или возьмите меньший объем анализируемой воды.
2. Появление белой мути за счет выпадения солей кальция в дальнейшем не мешает определению.



**Определение
фосфат-иона
по п. 6.27 А**

6.

Далее раствор перенесите в мерную колбу, доведите до метки «50 мл» дистиллированной водой, перемешайте и определите содержание фосфат-иона по п. 6.27, А.

7.

Содержание общего фосфора (в мг/л) определите по формуле:

$$C_p = 0,326 \times C_{of},$$

где C_{of} — концентрация ортофосфат-иона, определенная по п. 6 данного определения, мг/л;
0,326 — коэффициент пересчета, учитывающий долю молярной массы фосфора в фосфат-ионе.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении фосфат-иона и общего фосфора может быть выполнен путем анализа стандартного раствора калия фосфорнокислого однозамещенного KH_2PO_4 или ГСО, при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

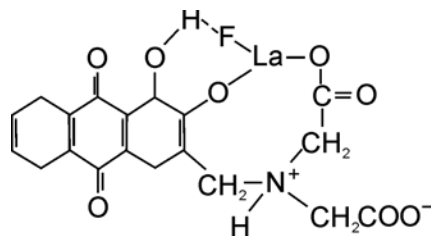
6.28. Фториды

Фтор в виде фторидов может содержаться в природных и грунтовых водах, что обусловлено его присутствием в составе некоторых почвообразующих (материнских) пород и минералов. Этот элемент может добавляться в питьевую воду в целях профилактики заболеваний кариесом. Однако избыточные количества фтора оказывают вредное воздействие на человека, вызывают разрушение зубной эмали. Кроме того, избыток фтора в организме осаждает кальций, что приводит к нарушениям кальциевого и фосфорного обмена. По этим причинам определение фтора в питьевой воде, а также грунтовых водах (например, воде колодцев и артезианских скважин) и в воде водоемов хозяйственно-питьевого назначения является очень актуальным.

ПДК фтора в питьевой воде для разных климатических районов составляет от 0,7 до 1,5 мг/л, лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения фтора является колориметрическим (ГОСТ 4386, МВИ-14-155-11) и пригоден для анализа питьевой и природной воды. Определение основано на реакции фторидов с лантанализаринкомплексом. При этом образуется окрашенное в синий цвет тройное комплексное соединение фторида, трехвалентного лантана и ализаринкомплексона следующего строения:



Определению мешают соединения алюминия, железа и повышенное содержание органических веществ в концентрациях, которые можно встретить лишь в сточных или железистых природных водах, и мешающим влиянием которых в данном методе пренебрегаем.

Окрашенная проба колориметрируется визуально либо фотоколориметрически.

Диапазон определяемых концентраций фтора в воде при визуально-колориметрическом определении — от 0,2 до 2 мг/л, при фотоколориметрическом определении по МВИ-14-155-11 — от 0,02 до 0,4 мг/л (620 нм). Объем пробы — 2,5 мл, продолжительность анализа — не более 40 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Пипетка градуированная на 5 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка-капельница полимерная на 3 мл (3 шт.) и на 1 мл (2 шт.), склянка для колориметрирования мерная с метками «2,5 мл»; «5,0 мл»; «10,0 мл» (2 шт.), склянка для хранения раствора ализаринкомплексона, стакан с метками «25 мл» и «50 мл» для приготовления раствора ализаринкомплексона, стеклянная палочка, флакон для приготовления водно-ацетонового раствора реагентов, цилиндр мерный на 25 мл.

Ализаринкомплексон (навеска 0,0097 г) в склянке, ацетон, вода дистиллированная, натрий уксуснокислый в капсулах (навеска по 0,012 г), раствор буферный ацетатный, раствор гидроксида натрия (1 моль/л), раствор нитрата лантана, раствор соляной кислоты (0,1 моль/л).

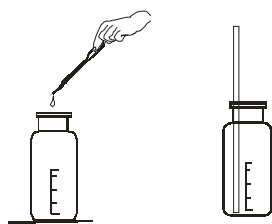
Примечание. Вода дистиллированная в состав изделия не входит.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски для визуального колориметрирования «Фторид-анионы» (0; 0,2; 0,7; 2,0 мг/л).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

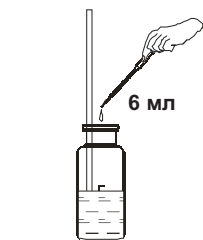
ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ

Подготовка к анализу состоит в приготовлении раствора ализаринкомплексона и водно-ацетонового раствора, имеющих небольшие сроки годности и расходуемых при анализах.

Приготовление раствора ализаринкомплексона**1.**

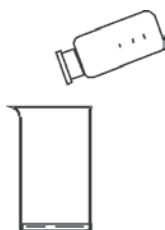
В склянку с навеской ализаринкомплексона пипеткой-капельницей добавьте 1–2 капли раствора гидроксида натрия.

Смесь тщательно разотрите стеклянной палочкой до полного растворения реактива.

**2.**

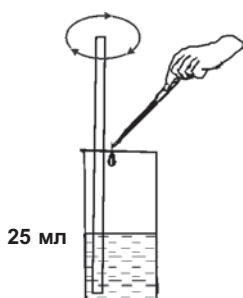
Добавьте в склянку пипеткой 6 мл (дважды по 3 мл) дистиллированной воды и перемешайте содержимое.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



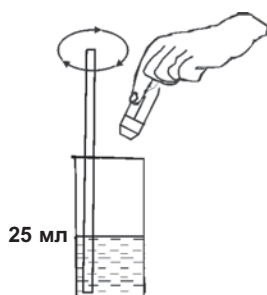
3.

Полученный раствор количественно перенесите в стакан с метками. Для этого несколько раз ополосните флакон небольшими порциями дистиллированной воды, сливая воду после ополаскивания в стакан. Общий объем раствора в стакане не должен превышать 25 мл.



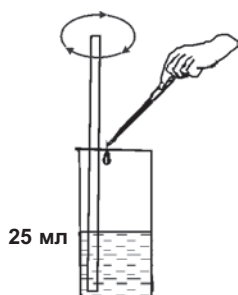
4.

Доведите дистиллированной водой объем раствора в стакане пипеткой на 3 мл до метки «25 мл», после чего перемешайте.



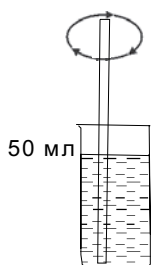
5.

Навеску натрия уксуснокислого из капсулы (0,012 г) перенесите полностью в стакан с раствором, ополоснув капсулу несколько раз 1–2 мл дистиллированной воды. Перемешайте раствор стеклянной палочкой..

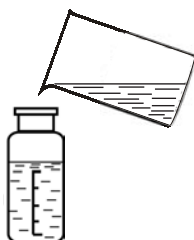


6.

В полученный раствор при перемешивании добавьте по каплям раствор соляной кислоты (0,1 моль/л) до перехода окраски раствора от вишнево-красной до красно-оранжевой. Окраску наблюдайте на белом фоне.

**7.**

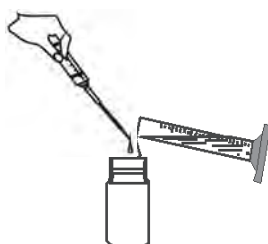
Доведите объем раствора в стакане дистиллированной водой до метки «50 мл». Раствор перемешайте.

**8.**

Готовый раствор перелейте в склянку для хранения раствора ализаринкомплексона из комплекта, отметив дату его приготовления на этикетке.

Срок годности раствора ализаринкомплексона — 1 месяц при условии хранения в холодильнике (2–5°C).

Приготовление водно-ацетонового раствора



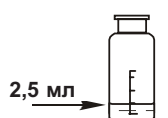
Во флакон для приготовления водно-ацетонового раствора добавьте, используя мерный цилиндр и градуированную пипетку, 2 мл ацетатного буферного раствора; 10 мл раствора азотнокислого лантана, 10 мл раствора ализаринкомплексона, 25 мл ацетона. Раствор перемешайте. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке. Срок годности водно-ацетонового раствора — 1 неделя при хранении в холодильнике (2–5°C).

ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при определении фторидов используются бутылки из полимерного материала. Максимально рекомендуемый срок хранения проб — 1 месяц.

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

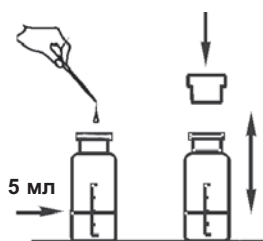
**1.**

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки «2,5 мл».

Примечание.

Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



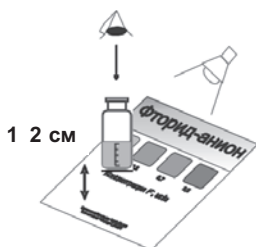
2.

Прибавьте к содержимому склянки пипеткой до метки «5 мл» водно-ацетоновый раствор реагентов. Склянку закройте пробкой и перемешайте раствор.



3.

Оставьте склянку на 15 мин. для полного протекания реакции.



4.

Проведите визуальное колориметрирование пробы. Для этого колориметрическую склянку держите над белым полем контрольной шкалы на расстоянии 1–2 см от поверхности. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации фторид-ионов в мг/л.



5.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны 620 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-14-155-11,

рассчитайте массовую концентрацию фторид-иона в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации фторид-иона автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении фторидов может быть выполнен путем анализа стандартного раствора фторида натрия или ГСО при концентрациях (по иону F^-), равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале.

6.29. Хлор активный

Показатель *активный хлор* включает суммарное содержание соединений, обладающих сильными окислительными свойствами, а именно: свободный хлор (Cl_2), гипохлорит-ион (ClO^-), хлорноватистая кислота (HClO), хлорамины (вещества, при растворении в воде которых образуются монохлорамин NH_2Cl , дихлорамин NHCl_2 , трихлорамин NCl_3), а также органические хлорамины — хлорированные производные соединений органического азота. Содержащие активный хлор вещества подразделяют на две группы: сильные окислители — хлор, гипохлориты и хлорноватистая кислота — содержат так называемый *свободный активный хлор*, и относительно менее слабые окислители — хлорамины — *связанный активный хлор*. Благодаря сильным окислительным свойствам, соединения, имеющие активный хлор, используются для обеззараживания (дезинфекции) питьевой воды и воды в бассейнах, а также для химической очистки некоторых сточных вод. Кроме того, некоторые содержащие активный хлор соединения (например, хлорная известь) широко используются для ликвидации очагов распространения инфекционных загрязнений.

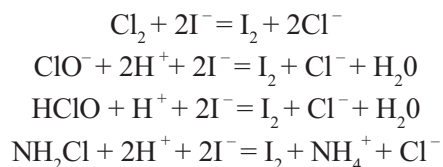
В природной воде содержание активного хлора не допускается; в питьевой воде его содержание установлено в пересчете на хлор на уровне 0,3–0,5 мг/л в свободном виде и на уровне 0,8–1,2 мг/л в связанном виде. Поскольку соединения, содержащие активный хлор, присутствуют в воде практически в связи с их добавлением для целей обезвреживания питьевой воды, данный показатель часто называют также *остаточный хлор*.

Лимитирующий показатель вредности — общесанитарный.

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения активного хлора является титриметрическим (метод йодометрического титрования) (ГОСТ 18190, ПНД Ф 14.1:2.113-97). Данный метод широко применяется для анализа питьевой воды, но может применяться и для анализа природных и очищенных сточных вод.

Определение соединений, способных при растворении в воде образовывать активный хлор, основано на их свойстве в кислой среде выделять из йодида калия свободный йод:



6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Свободный йод оттитровывают тиосульфатом натрия в присутствии крахмала аналогично тому, как описано при определении растворенного кислорода (п. 6.11). Реакцию проводят при pH 4,5. Определению мешают сильные окислители, которые также выделяют йод из йодида калия — хроматы, хлораты и др. Мешающие окислители оказывают влияние лишь при концентрациях, в которых они могут присутствовать в сточных водах, но маловероятны в питьевой и природной воде. Метод может использоваться для анализа мутных и окрашенных вод.

Диапазон определяемых значений массовых концентраций активного хлора — от 0,3 до 5 мг/л. Объем пробы, необходимый для анализа, составляет 50 мл при концентрации активного хлора от 0,5 до 5 мг/л, и 250 мл — при концентрации от 0,3 до 0,5 мг/л. Продолжительность определения — около 10 мин.

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

Колба коническая на 100 мл с меткой «50 мл», пипетка для титрования градуированная на 2 мл со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пробирка градуированная на 13 мл с пробкой, пипетка-капельница полимерная на 1 мл (3 шт.), стакан на 50 мл, шпатель.

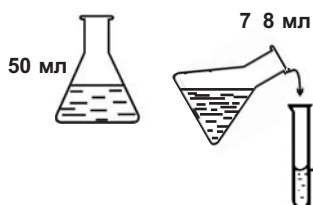
Колба коническая на 500 мл, мерный цилиндр (рекомендуются для точных измерений, в состав изделия не входят).

Калий йодистый, раствор буферный ацетатный (pH 4,5), крахмал растворимый (в капсулах по 0,25 г), раствор крахмала (0,5%) стабилизированный, раствор тиосульфата натрия (0,005 моль/л эквивалента) стабилизированный, .

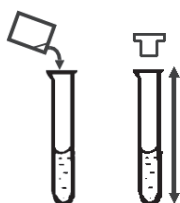
Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ПОДГОТОВКА К ОПРЕДЕЛЕНИЮ

Подготовка к определению состоит в периодическом приготовлении раствора крахмала, который имеет ограниченный срок годности и расходуются при анализе.

Приготовление раствора крахмала**1.**

В коническую колбу поместите 50 мл дистиллированной воды. Из колбы перелейте 7–8 мл воды в пробирку.

**2.**

В пробирку полностью перенесите содержимое капсулы с крахмалом. Пробирку закройте пробкой, содержимое взболтайте для образования суспензии крахмала.

**3.**

Коническую колбу с оставшимся объемом воды поставьте на плитку с закрытой спиралью и доведите воду до кипения. В кипящую воду полностью перенесите суспензию из пробирки. Смесь доведите до кипения.

Раствор крахмала охладите и храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке. Раствор устойчив в течение 4–5 дней. Раствор крахмала после его охлаждения можно стабилизировать добавлением 2–3 капель хлороформа. Срок годности стабилизированного раствора крахмала — 1 мес. при хранении при комнатной температуре и 4 мес.— при хранении в холодильнике (2–5°C).

Рекомендуется приготовление свежего раствора крахмала накануне выполнения определений.

ОТБОР ПРОБЫ

Анализ отобранной пробы на содержание активного хлора следует проводить немедленно, т.к. активный хлор в малых концентрациях присутствует в питьевой воде непродолжительное время (не более нескольких десятков минут).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

Для отбора проб при определении активного хлора используются бутылки из полимерного материала или стекла. Хранение и консервация проб не проводится.

Объем пробы анализируемой воды отбирается для анализа в зависимости от предполагаемой концентрации активного хлора в соответствии с табл. 16.

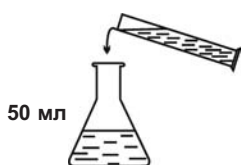
Таблица 16

Предполагаемая концентрация активного хлора мг/л	Объем пробы мл
0,3–0,5	250
0,5–5	50

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

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

А. Проведение анализа при концентрации активного хлора 0,5–5 мг/л



1. Ополосните колбу коническую на 100 мл несколько раз анализируемой водой.
Налейте в колбу пробу воды до метки «50 мл», либо, для точных измерений, отмерьте 50 мл с помощью мерного цилиндра.
При концентрации активного хлора от 0,3 до 0,5 мг/л пробу объемом 250 мл отбирайте в коническую колбу на 500 мл, в которой далее проводите определение как описано ниже.



2. Добавьте в колбу пипеткой полимерной 1,0 мл ацетатного буферного раствора.
Содержимое колбы перемешайте.

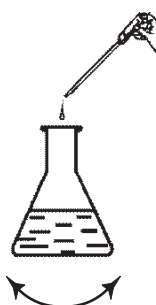
**3.**

Добавьте в колбу около 0,1 г йодида калия, используя шпатель.

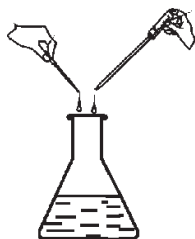
Примечание.

0,1 г йодида калия заполняет шпатель примерно на 1/4, не образуя горки.

Перемешайте содержимое колбы до растворения соли. При наличии активного хлора раствор приобретает желто-бурую окраску.

**4.**

Наберите раствор тиосульфата в градуированную пипетку со шприцем-дозатором и титруйте пробу на белом фоне до слабо-желтой окраски, добавляя раствор по каплям, постепенно. После добавления каждой порции (капли) пробу перемешивайте покачиванием.

**5.**

Добавьте пипеткой-капельницей 0,5 мл раствора крахмала (раствор в колбе синее) и продолжайте титрование по каплям при перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Примечание.

Титрование считают законченным, если после обесцвечивания раствора по истечении 0,5 мин. окраска раствора не восстанавливается.

**6.**

Определите общий объем раствора тиосульфата, израсходованного на титрование (как до, так и после добавления раствора крахмала):

$$V_{TC} = V_0 - V_K, \text{ мл.}$$

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

7.

Вычислите концентрацию суммарного остаточного активного хлора (C_{AX}) в мг/л по формуле:

$$C_{AX} = \frac{V_{TC} \times M \times 35,5 \times 1000}{V_{II}} = \frac{177,5 \times V_{TC}}{V_{II}},$$

где V_{TC} — объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

M — молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия, 0,005 моль/л;

35,5 — молярная масса эквивалента хлора, г/моль;

1000 — коэффициент пересчета из граммов в миллиграммы;

V_{II} — объем пробы, взятой для анализа, мл (табл. 16).

При необходимости анализ повторите для уточнения объема раствора тиосульфата, расходуемого на титрование.

Пример расчета. При анализе водопроводной воды в результате титрования пробы объемом 50 мл раствором тиосульфата с концентрацией 0,005 моль/л эквивалента на титрование израсходовано 0,28 мл раствора тиосульфата. Рассчитаем содержание активного хлора в воде:

$$C_{AX} = \frac{177,5 \times 0,28}{50} = 0,99 \approx 1,0 \text{ мг/л}$$

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа может быть выполнен путем анализа стандартных растворов, имеющих известное содержание активного хлора.

6.30. Хлориды

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

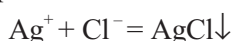
Большие количества хлоридов могут образовываться в промышленных процессах концентрирования растворов, ионного обмена, выщелачивания и т.д., образуя сточные воды с высоким содержанием хлорид-иона.

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

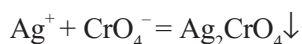
Если в воде присутствует хлорид натрия, она имеет соленый вкус уже при концентрациях свыше 250 мг/л. В случае хлоридов кальция и магния соленость воды возникает при концентрациях свыше 1000 мг/л. Именно по органолептическому показателю (вкусу) установлена ПДК по хлоридам для питьевой воды, воды водоемов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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

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



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



Оранжево-бурый

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

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

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

ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

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

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

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

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

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ОТБОР ПРОБ

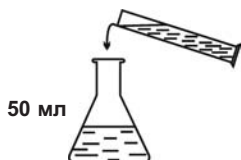
Для отбора проб при определении хлоридов используются бутылки из полимерного материала или стекла. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб — 1 месяц.

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

Таблица 17

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

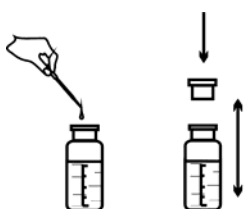
ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

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

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

**2.**

Добавьте пипеткой-капельницей 3 капли раствора хромата калия.

Закройте склянку пробкой и перемешайте раствор.

**3.**

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

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

**Примечание.**

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

4.

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

$$C_{хл} = \frac{V \times H \times 35,5 \times 1000}{V_{\Pi}} = \frac{V}{V_{\Pi}} \times 1775,$$

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

H — концентрация раствора азотнокислого серебра, 0,05 моль/л;

V_{Π} — объем воды, взятой на анализ, согласно табл. 17, мл;

35,5 — молярная масса эквивалентна хлора, г/моль;

1000 — коэффициент пересчета единиц измерений из граммов в миллиграммы.

КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

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

6.31. Цветность

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

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

МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В настоящем руководстве приведены два метода определения цветности.

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

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

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

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

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

ОТБОР ПРОБ

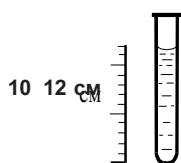
Для отбора проб при определении цветности используются бутылки из полимерного материала или стекла. При наличии взвешенных частиц пробы отфильтруйте через бумажный фильтр «синяя лента» (важно при фотоколориметрическом определении). Первые порции фильтрата отбросьте. Допускается хранение проб не более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

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

А. Цвет, качественное определение**ОБОРУДОВАНИЕ**

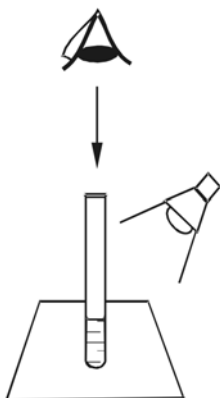
Пробирка бесцветная прозрачная высотой 15–20 см, лист белой бумаги (в качестве фона).

Расположение оборудования и реактивов см. в паспорте на изделие.

ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ

1.

Заполните пробирку водой до высоты 10–12 см.



2.

Охарактеризуйте цвет воды, рассматривая пробирку сверху вниз на белом фоне при достаточном боковом освещении (дневном, искусственном).

Отметьте наиболее подходящий оттенок из приведенных ниже либо заполните свободную графу.

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА

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

В. Цветность, колориметрическое определение

ОБОРУДОВАНИЕ

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

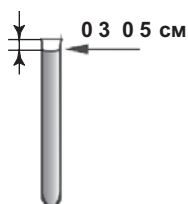
Хром-кобальтовая шкала цветности в виде модельных эталонных растворов (0; 10; 20; 30; 40; 60; 100; 300; 500 градусов цветности) либо в виде пленочной контрольной шкалы «Цветность» (0; 30; 100; 300; 1000 градусов цветности).

Примечание. Срок годности растворов хром-кобальтовой шкалы — месяцев с момента изготовления.

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

Расположение оборудования см. в паспорте на изделие.

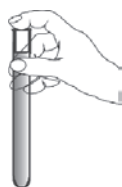
ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



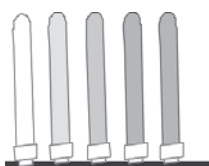
1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой.

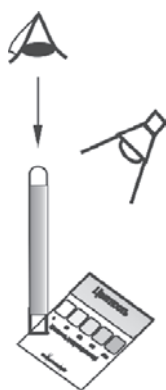
Наполните пробирку пробой воды, **не доливая 0,3–0,5 см до края** пробирки.

**2.**

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

**3.**

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

**4.**

Проведите колориметрирование пробы.

При визуально-колориметрическом определении пробирку с анализируемой водой переверните пробкой вниз и сравните окраску исследуемого образца с пленочной контрольной шкалой образцов окраски проб для визуального колориметрирования «Цветность» либо с окраской модельных эталонных растворов.

Окраску наблюдайте сверху вниз, на белом фоне, при достаточном освещении.

Для исследуемого образца определите ближайшее по окраске поле пленочной шкалы или ближайший образец окраски эталонного раствора и соответствующее ему значение в градусах цветности.

Примечание.

Если цвет и оттенок образца воды не соответствуют модельным эталонным образцам хром-кобальтовой шкалы, то эти показатели оцениваются качественно, например: «окраска образца красновато-коричневая» (см. п. 6.31, А).

6. ПОКАЗАТЕЛИ И ПРОЦЕДУРЫ АНАЛИЗА



5.

При фотоколориметрическом определении пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение ее оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 400 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-10-157-09, рассчитайте значение цветности в градусах.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения цветности автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

Протокол исследования качества воды*

Наименование источника (водоема) _ _
 Место взятия пробы _ _
 Кем взята проба _ _
 Дата (число, час) взятия пробы ____ _
 Условия хранения пробы (продолжительность, температура) _ _
 Дата и время проведения анализа _ _
 Определяемые показатели и результаты анализов _ _

Наименование показателя	Используемый метод (оборудование)	Результат

Заключение (выводы) _ _
 _
 Подпись _ Дата _

Дополнительные исследования (при подозрении на загрязненность воды)

Предполагаемые промышленные и сельскохозяйственные загрязнения _ _
 _
 Результаты дополнительных анализов _ _
 _

Наименование показателя	Используемый метод (оборудование)	Результат

Заклучение (выводы) _ _
 _
 Подпись _ Дата ____ _

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



Набор-укладка для фотоколориметрирования «ЭКОТЕСТ-2020-К»

**(с запрограммированным расчетом
концентраций компонентов)**

Выполнена на основе микропроцессорного
фотоколориметра-концентраметра
«ЭКОТЕСТ-2020»
(номер в государственном реестре
средств измерений 31761-06)

Состав

Набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К» поставляется в следующей комплектации: фотоколориметр «ЭКОТЕСТ-2020», блок питания БПС 6-0,35, кюветы акриловые (4 шт.) и стеклянные (2 шт.), коммуникационный кабель RS-232 (для подключения прибора к ПК), комплект салфеток (1 уп.), компакт-диск с программным обеспечением и справочными материалами, контейнер водостойкий с ложементом, крышка кюветного блока, склянки мерные с меткой «10 мл» и пробкой (7 шт.), элементы типа R6 (4 шт.), руководство по эксплуатации фотоколориметра, сборник МВИ, паспорт с описью комплектности.

Назначение и области применения

Набор-укладка «ЭКОТЕСТ-2020-К» предназначен для количественного анализа вод на содержание примесей, определяемых колориметрическими методами с использованием тест-комплектов и полевых лабораторий производства ЗАО «Крисмас+», а также для измерения коэффициента пропускания и оптической плотности любых окрашенных растворов. Может использоваться при эколого-аналитических измерениях, технологическом контроле, экспресс-анализе в чрезвычайных ситуациях и т.п.

Прибор запрограммирован под унифицированные МВИ на основе тест-комплектов и полевых лабораторий производства ЗАО «Крисмас+». В память прибора внесены коэффициенты градуировочных характеристик определяемых

компонентов. Концентрация определяемого вещества рассчитывается автоматически и выводится на дисплей фотоколориметра. Анализы с использованием тест-комплектов и полевых лабораторий проводятся по следующим компонентам:

Анализируемый компонент (в воде)	Диапазон измерений, мг/л	Объем пробы, мл	Длина волны, нм	ПДК _{хлп} мг/л
Алюминий	0,03–4	10	525	0,5
Аммоний	0,2–4	5	430	1
Гидразин	0,05–1	10	430	0,01
Железо общее	0,05–2	10	502	0,3
Нитрат	0,5–5		525	45
Нитрит	0,02–0,9	5	525	3
ПАВ-А (анионоакт.)	0,02–1	10	20	0,5
Фенолы летучие	0,002–0,05	250	470	0,25
Формальдегид	0,03–0,5	10	525	0,05
Фосфат	0,1–3,5	10	0	3,5
Цветность	20–200 град. цветности	5	400	—

Технические характеристики

- Масса, кг — не более 0,6.
- Габаритные размеры, мм — не более 230 × 120 × 50.
- Длина волн светодиодов, нм — 400, 430, 470, 502, 525, 620, 660, 850.
- Диапазон измерений коэффициента пропускания, Т% — 1–100.
- Диапазон измерений оптической плотности, D 0–2.
- Погрешность при измерении коэффициента пропускания — не более 2%.
- Длина оптического пути не более, мм — 10.

**Достоинства набора-укладки
«ЭКОТЕСТ-2020-К»**

Выполнена специально в виде, максимально удобном для применения как в полевых, так и в лабораторных условиях.

Простота выполнения анализов.

Примечание. Тест-комплекты и полевые лаборатории ЗАО «Крисмас+» содержат готовые к применению аналитические растворы, реактивы, посуду и принадлежности, руководство по применению с методиками анализа, унифицированными на основе действующих НТД.

Автоматический расчет значений концентраций, пропускания и оптической плотности при работе в режиме концентромера.

Минимальная стоимость по сравнению с существующими аналогичными концентромерами.

Универсальность — возможность анализа, наряду с запрограммированными МВИ, по любым фотоколориметрическим аттестованным МВИ (ПНД Ф..., РД 52. ... и т.п.).

Подключение к компьютеру для обработки результатов и составления отчетов.

Компактные размеры и небольшой вес.

***Использование тест-комплектов и полевых лабораторий
совместно с набором-укладкой «Экотест-2020-К»
позволяет выполнять определения в полном объеме задач
количественного химического анализа.***

**Комплектные изделия, расходные материалы
и принадлежности для химического анализа
производства ЗАО «Крисмас+»**

ПРАЙС-ЛИСТ

Разделы прайс-листа

1. Полевые комплектные лаборатории.
2. Ранцевые и модульные лаборатории.
3. Класс-комплекты и типовые комплекты оборудования.
4. Тест-комплекты.
5. Наборы и установки.
6. Тест-системы.
7. Средства контроля пищевых продуктов.
8. Принадлежности и специальное оборудование для полевых анализов.
9. Измерительные комплекты.
10. Комплекты пополнения.

1. ПОЛЕВЫЕ КОМПЛЕКТНЫЕ ЛАБОРАТОРИИ

(экспресс-анализ воды, водных вытяжек, воздуха, продуктов питания,
удобрения, нефтепродуктов, на 100 анализов по каждому компоненту)

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
1	8.150	«Анализ удобрений», мини-экспресс-лаборатория, 12 видов удобрений	16 584
2	3.203	«ВХЭЛ», водно-химическая экспресс-лаборатория, котловая, 11 показателей	73 204
3	3.203.1	«ВХЭЛ», водно-химическая экспресс-лаборатория, котловая, с кондуктометром типа Эксперт-002-2-6-н, 12 показателей	110 378*
4	11.01	«ГХК», газоопределитель химический многокомпонентный, 30 наименований индикаторных трубок с пробоотборником НП-3М (о газоопределителях ГХК см. прайс-лист № 3)	34 028

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

Приложение 3

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
5	8.111	«КПЭ», комплект-практикум экологический, 15 показателей воды, воздуха, почвы	59 245
6	3.100	«НКВ», комплектная лаборатория исследования воды и почвенных вытяжек, полевая, базовый вариант, 16 показателей	50 809
7	3.100.1	«НКВ», комплектная лаборатория исследования воды и почвенных вытяжек, полевая, с набором-укладкой для фотокolorиметрирования «Экотест-2020-К»	90 339*
8	3.110	«НКВ-2», комплектная лаборатория исследования воды и почвенных вытяжек, полевая, модифицированная, 18 показателей	73 183
9	3.110.1	«НКВ-2», комплектная лаборатория исследования воды и почвенных вытяжек, полевая, модифицированная, с набором-укладкой для фотокolorиметрирования «Экотест-2020-К»	112713*
10	3.040	«Пчелка-Н», комплектная лаборатория для определения нефтепродуктов в воде, 3 метода	14915
11	3.040	«Пчелка-Н», комплектная лаборатория для определения нефтепродуктов в воде, 3 метода, с набором для экстракции	22 779
12	8.416	«Пчелка-Р», мини-экспресс-лаборатория для химического обследования загрязненности рабочей зоны (10 наименований индикаторных трубок, 6 наименований тест-систем, пробоотборник НП-3М)	28 397
13	8.013	«Пчелка-У/почва», мини-экспресс-лаборатория для учебных экологических исследований, почвенная, 8 показателей	22 449
14	8.012	«Пчелка-У/хим», мини-экспресс-лаборатория химическая, для учебных экологических исследований, 14 показателей	27 473
15	8.010	«Пчелка-У», мини-экспресс-лаборатория, для учебных экологических исследований, универсальная, 9 показателей	20 894
16	8011	«Пчелка-У/м», мини-экспресс-лаборатория, для учебных экологических исследований, модифицированная, 7 показателей	20 888
17	3.200	«СЛКВ», судовая водно-химическая экспресс-лаборатория, 13 показателей	64 161
18	3.400	«СЛТМ», судовая экспресс-лаборатория контроля топлива и масел в силовых установках, 10 показателей	67 983
19	3.204	«СПЭЛ», санитарно-пищевая мини-экспресс-лаборатория, 18 показателей	10 272
20	3.205	«СПЭЛ-У», санитарно-пищевая мини-экспресс-лаборатория, учебная, 17 показателей	2 801
21	3.206	«Мёд», экспресс-лаборатория исследования мёда	11 247

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
22	3.204a	«ВПЭЛ-КП», войсковая портативная экспресс-лаборатория контроля питания (20 показателей, с методическими рекомендациями ГВМУ МО)	10 338
23	3.141	«Фосфор», комплектная лаборатория для определения фосфора во всех формах в воде	12 879
24	3.141.1	«Фосфор» комплектная лаборатория для определения фосфора во всех формах в воде с набором-упкладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»	52 409*
25	8.417	«Эко-экспресс ГИМС», мини-экспресс-лаборатория, контроль отработавших газов подвесных двигателей (15 ИТ на СО, НП-3М, ЗИП, принадлежности, руководство, сумка-футляра)	6 873

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

2. РАНЦЕВЫЕ И МОДУЛЬНЫЕ ЛАБОРАТОРИИ

(экспресс-анализ воды, водных вытяжек, воздуха, почвы, спецвеществ, поверхностей, с применением модулей тест-комплектов в носимой ранцевой укладке на 100 анализов по каждому определяемому компоненту)

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
26	3.130	«НКВ-Р», ранцевая полевая лаборатория исследования водоемов, с сачком гидробиологическим, 23 показателя	59 533
27	3.130.1	«НКВ-Р», ранцевая полевая лаборатория исследования водоемов с сачком гидробиологическим и набором-упкладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», 23 показателя	99 063*
28	3.130.2	«НКВ-Р/м», ранцевая полевая лаборатория исследования водоемов малая, 18 показателей	41434
29	3.131	«РПЛ-почва», ранцевая полевая лаборатория исследования почвы, 11 показателей	60 548
30	3.131.1	«РПЛ-почва», ранцевая полевая лаборатория исследования почвы, с кондуктометром DIST-4, 12 показателей	65 711*
31	3.131.2	«РПЛ-почва», ранцевая полевая лаборатория исследования почвы, с набором-упкладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», 11 показателей	100 078*
32	3.900	«УКВ», укладка-лаборатория полевого химического контроля качества воды, войсковая (ранец с баулом), 34 показателя	122 165
33	3.900.1	«УКВ», укладка-лаборатория полевого химического контроля качества воды, войсковая (ранец с баулом), с набором-упкладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»	161 695*
34	3.900.2	Укладка средств контроля ОВ и СДЯВ, с насосом-пробоотборником НП-3М и насадкой, 23 показателя	Договорная

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

Приложение 3

3. КЛАСС-КОМПЛЕКТЫ И ТИПОВЫЕ КОМПЛЕКТЫ ОБОРУДОВАНИЯ для общего и профессионального образования

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
35	3.600	«БЖЭ-1», комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология», базовый (13 комплектов), 21 показатель воздуха, воды, водных вытяжек	70 699
36	3.601	«БЖЭ-2», комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология», расширенный (53 комплекта), 21 показатель воздуха, воды, водных вытяжек	190 118
37	3.602	«БЖЭ-3», комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология», расширенный (15 комплектов), 21 показатель воздуха, воды, водных вытяжек (приборы для контроля радиационных факторов — дозиметр-радиометр ДРГБ-01 «ЭКО-1», дозиметр «РАДЕКС-РД 1706»)	117 916*
38	3.603	«БЖЭ-4», комплект контрольного оборудования «Безопасность жизнедеятельности и экология», расширенный (20 комплектов), 21 показатель воздуха, воды, водных вытяжек (приборы для контроля физических факторов — люксметр ТКА-ЛЮКС, измеритель шума Center 321, измеритель параметров электрических и магнитных полей ВЕ-метр-АТ-002, термометр электрический Checktemp 1, измеритель температуры и влажности ТКА-ПКМ-20, гигрометр ВИТ-1, барометр БАММ-1)	186 955*
39	8.015	«ФРХО», учебно-методический комплект «Факторы радиационно-химической опасности» для школьного кабинета ОБЖ (радиодозиметр «РАДЕКС-РД 1706», мини-экспресс-лаборатория «Пчелка-У», методическое руководство-практикум)	34 340*
40	8.300	«ЭХБ», («Экология, химия, биология»), класс-комплект-лаборатория, (1 набор учителя + 14 наборов учащегося в кейсах)	120 663
41	8.301	«ЭХБ», («Экология, химия, биология»), класс-комплект-лаборатория, (1 набор учителя + 14 наборов учащегося в коробках)	110 797
42	8.700	«Экологический практикум», типовой комплект оборудования	190 449
43	8.800	«Я — эколог», многофункциональная лаборатория	185 458
44	3.650	«ЭОС-1», («Экология и охрана окружающей среды»), типовой комплект оборудования, базовый, 5 установок	101 959
45	3.650.1	«ЭОС-2», («Экология и охрана окружающей среды»), типовой комплект оборудования, 6 установок (с установкой «Электрокоагуляционный метод очистки воды»)	149 588*

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

4. ТЕСТ-КОМПЛЕКТЫ
(компактные подборки расходных материалов
и принадлежностей для химического экспресс-анализа воды,
водных вытяжек, материалов)

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
Тест-комплекты для экспресс-анализа питьевой и природных вод, почвенных вытяжек (на 100 анализов)			
46	6.143	«Активный хлор»	2 650
47	6.151	«Алюминий»	2 650
48	6.148	«Аммоний»	2 230
49	6.174	«Аскорбиновая кислота»	7 830
50	6.169	«Вода в масле и нефтепродуктах»	10 072
51	6.158	«Гидразин»	2 650
52	6.171	«Двуокись углерода в воде»	6 993
53	6.167	«Емкость катионного обмена» (почва)	3 111
54	6.190	«Железо»	2 463
55	6.147	«Кальций»	2 463
56	6.170	«Карбонаты, щелочность»	2 463
57	6.161	«Кислотность почвы»	752
58	6.176	«Кислотность»	2 365
59	6.179	«Кремний»	8617
60	6.153	«Мутность/прозрачность»	1588
61	6.150	«Масло и нефтепродукты»	7 862
62	6.162	«Металлы» (сумма Pb, Zn, Cu)	8 238
63	6.201	«Мёд»	2 367
64	6.145	«Нитраты»	2 886
65	6.149	«Нитриты»	2 027
66	6.146	«Окисляемость перманганатная»	7 880
67	6.183	«Общая жесткость» (титрование пипеткой)	2 436
68	6.180	«ОЖ-1» (капельное титрование)	1 031
69	6.240	«Ортофосфаты»	2 650
70	6.081	«РК-БПК» (растворенный кислород и биохимическое потребление кислорода)	10 824
71	6.160	«рН»	894

Приложение 3

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
72	6.152	«ПАВ-А» (ПАВ анионоактивные)	7 253
73	6.159	«Свинец»	2 408
74	6.168	«Сероводород»	7 483
75	6.148.3	«рН, ОЖ-1, Аммоний»	3 346
76	6.142	«Сульфаты»	2 650
77	6.163	«Фенолы» (сумма летучих фенолов)	10 824
78	6.164	«Формальдегид»	3 577
79	6.155	«Фториды»	7 253
80	6.144	«Хлориды»	2 408
81	6.157	«Цветность»	2 596
82	3.253	Набор для экстракции	8 988
Тест-комплекты для анализа котловой воды (на 100 анализов)			
83	6.148.2	«Аммиак КВ»	6 119
84	6.190.2	«Железо КВ»	7 090
85	6.081.2	«Кислород КВ»	13 204
86	6.183.2	«Общая жесткость КВ»	7 090
87	6.160.2	«рН КВ»	1 089
88	6.154	«Щелочность КВ»	5 446
89	6.144.2	«Хлориды КВ»	6 119
90	6.240.2	«Фосфаты КВ»	7 147
91	6.172	«Кремниевая кислота»	8 617
92	6.173	Набор для приготовления очищенной воды	6 430
Тест-комплекты на основе тест-таблеток (на 20 анализов)			
93	6.143.1	«Активный хлор Т»	1 771
94	6.190.1	«Железо общее Т»	1 861
95	6.191.1	«Медь Т»	1861
96	6.145.1	«Нитраты Т»	2 374
97	6 183.1	«Общая жесткость Т»	2 374
98	6.081.1	«Растворенный кислород Т»	2 374

Приложение 3

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
99	6.160.1	«рН Т»	1 861
100	6.240.1	«Фосфаты Т»	1 861
101	6.192.1	«Хром Т»	1 861

5. НАБОРЫ И УСТАНОВКИ
(целевые подборки оборудования и принадлежностей)

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
102	3.130.4	Набор для гидробиологических исследований	4 120
103	3.130.5	Набор для гидробиологических исследований с сачком СГС	7 200
104	8.300.1	Набор учителя «ЭХБ 8.300.1»	24 498
105	8.300.2	Набор учащегося для экологического практикума «ЭХБ 8.300.2» (в коробке)	6 290
106	8.300.3	Набор учащегося для экологического практикума «ЭХБ 8.300.3» (в кейсе)	6 995
107	3.500	«НХС-вода», к лабораторной установке типа БЖ-08	12 991
108	3.500.1	«НХС-вода-1», с набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К»	52 521*
109	3.500.2	«НХС-вода-2», с набором-укладкой для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К», рН-метр «рН 410» и кондуктометр «DIST 4»	71 073*
110	3.550.1	«НХС-воздух-1», к лабораторному стенду типа БЖС 7	33 456
111	3.550.2	«НХС-воздух-2», расширенный	35 633
112	3.650-1	Набор «Контроль содержания тяжелых металлов в почве»	3917
113	3.650-2	Набор «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды»	26 765
114	3.650-3	Набор «Обесцвечивание сточных вод коагуляцией»	10 514
115	3.650-4	Лабораторная установка «Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией»	31 713
116	3.650-5	Лабораторная установка «Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией»	29 712
117	3.650-6	Лабораторная установка «Электрокоагуляционный метод очистки воды»	56 368
118	3.800	«Юный химик», набор химико-экологический	3 987
119	3.800.1	«Юный химик», набор химико-экологический, начальный уровень	2 601

*) Цена подлежит уточнению при оформлении заказа

Приложение 3

6. ТЕСТ-СИСТЕМЫ (наиболее простые средства экспресс-анализа воды, воздуха)

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
Тест-системы для экспресс-контроля воды и материалов			
120	7.10	«Активный хлор», 100 анализов	374
121	7.11	«Железо (2)», 100 анализов	374
122	7.13	«Железо общее», 100 анализов	355
123	7.14	«Медь», 100 анализов	355
124	7.15	«Никель», 100 анализов	355
125	7.16	«Сульфид-тест», 100 анализов	355
126	7.17	«Нитрат-тест», 100 анализов	418
127	7.17.1	«Нитрат-тест», 20 анализов	146
128	7.18	«Нитрит-тест», 100 анализов	418
129	7.19	«Хромат-тест», 100 анализов	374
130	7.20	«рН», 100 анализов	374
Тест-системы для экспресс-контроля воздуха			
131	7.21	«Аммиак», 50 анализов	392*
132	7.22	«Диоксид азота», 5 анализов	374*
133	7.23	«Пары ртути», 50 анализов	374*
134		Тест-системы для обнаружения ОВ, СДЯВ, токсикантов (вода, воздух, почва, поверхности) – типа ВИКХК, ИПЭ, ТМ и др. (см. примечание)	Договорная
Тест-системы для экспресс-контроля продуктов питания			
		См. в разделе 7 настоящего приложения	

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

7. СРЕДСТВА КОНТРОЛЯ ПИЩЕВЫХ ПРОДУКТОВ

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
135	3.204	«СПЭЛ», санитарно-пищевая мини-экспресс-лаборатория, 18 показателей	10 272
136	3.205	«СПЭЛ-У», санитарно-пищевая мини-экспресс-лаборатория, учебная, 17 показателей	2 801

Приложение 3

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
137	6.174	«Аскорбиновая кислота», тест-комплект	7 830
138	6.161	«Кислотность почвы», тест-комплект	752
139	3.206	«Мед», экспресс-лаборатория исследования меда	11247
140	6.201	«Мед», тест-комплект	2 367
141	7.24	«Свежесть рыбы», 50 анализов	429
142	7.25	«Пероксидаза», 50 анализов	561
143	7.26	«Свежесть молока», 20 анализов	633
144	7.27	«Доброкачественность мяса», 50 анализов	523
145	7.28	«Сода в молоке», 50 анализов	358
146	7.29	«Активный хлор Д», 50 анализов	523
147	7.30	«Фенофтал», 50 анализов	413
148	7.17	«Нитрат-тест», 100 анализов	418
149	7.17.1	«Нитрат-тест», 20 анализов	146

**8. ПРИНАДЛЕЖНОСТИ И СПЕЦИАЛЬНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ
ДЛЯ ПОЛЕВЫХ АНАЛИЗОВ**

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
150	10.001	Насос-пробоотборник НП-3М ручной, поршневой, на 50 см ³ и 100 см ³	5 990
151	10.001а	Насос-пробоотборник НП-3М ручной, поршневой, на 50 см ³ и 100 см ³ , в футляре-сумке, с комплектом ЗИП	6 290
152	10.002	Зонд ЗП-ГХК (отбор проб воздуха в труднодоступных местах), без насоса-пробоотборника	16 333
153	10.002а	Зонд ЗП-ГХК (отбор проб воздуха в труднодоступных местах), с насосом-пробоотборником НП-3М	22 100
154	3.130.3	Сачок специальный гидробиологический «ССГ»	3 165
155	7.300-7.321	Цветные контрольные шкалы для визуального колориметрирования, водозащищенные (22 шт.)	216 (за 1 шт.)
156	3.130.6	Укладка для полевых выездов ранцевая (70 л, 14 отделений)	9 448
157	3.130.7	Укладка для полевых выездов ранцевая малая (20 л, 8 отделений)	7714
158	10.004	Емкость полимерная газовая «ЕПГ», до 10 л, 2 штуцера, застежка-молния, 3 мешка в комплекте	636

Приложение 3

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
159	10.005	Измеритель объема ИО-2 (поверка и освидетельствование проб-отборников ручных)	7 623
160	3.300	Набор-укладка для фотоколориметрирования «Экотест-2020-К» с запрограммированным расчетом концентраций компонентов (на основе полевого фотоколориметра-концентратомера «Экотест-2020», сборник МВИ, 8 светодиодов, принадлежности, аксессуары, водозащитный контейнер, с поверкой)	39 530*
161	—	рН-метры («рН 410»)	13 167*
162	—	Кондуктометр (типа DIST1, DIST2, DIST4 и др.)	Договорная

* Цена подлежит уточнению при оформлении заказа.

9. ИЗМЕРИТЕЛЬНЫЕ КОМПЛЕКТЫ

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
163		Измерительные комплекты — специальные подборки реактивов, растворов, специальных принадлежностей и посуды под действующие нормативные документы на выполнение химических измерений, включая нормативный документ.	Запрашивайте прайс-лист № 5

10. КОМПЛЕКТЫ ПОПОЛНЕНИЯ

№ п/п	№ заказа	Наименование продукции	Цена с НДС, руб. на 01.07.2011
164		Индикаторные трубки для пополнения мини-экспресс-лабораторий и типовых комплектных изделий	Запрашивайте прайс-лист №1
165		Комплекты пополнения реактивов, растворов, расходных материалов	50–70% от стоимости изделий
166		Аналитические растворы и реактивы для пополнения комплектных изделий	Запрашивайте прайс-лист № 7

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

1. Булатов М.И., Калинин И.П. Практическое руководство по фотоколориметрическим методам анализа. — Изд. 5-е, перераб. — Л.: «Химия», 1986. 432 с.
2. Золотов Ю.А., Иванов В.М., Амелин В.Г. Химические тест-методы анализа. — Изд. 2-е. — Едиториал УРСС, 2006.
3. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Теоретические основы. Количественный анализ. — М.: «Химия», 1971.
4. Контроль химических и биологических параметров окружающей среды: Энциклопедия «Экометрия» / Под ред. Л.К. Исаева. — СПб.: Крисмас+, 1998.
5. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод. — М.: «Химия», 1984.
6. Муравьев А.Г. Новация: «полевые» МВИ // «Методы оценки соответствия» — 2010. — № 9. — С. 22–24.
7. Муравьев А.Г. Руководство по определению показателей качества воды полевыми методами. — 3-е изд., перераб. и доп. — СПб.: «Крисмас+», 2004. — 248 с.
8. Муравьев А.Г., Каррыев Б.Б., Лянзберг А.Р. Оценка экологического состояния почвы: Практическое руководство / Под ред. А.Г. Муравьева. — Изд. 2-е, перераб. и доп. — СПб.: Крисмас+, 2008.
9. Новиков Ю.В., Ласточкина К.О., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов / Под ред. А.П. Шицковой. — Изд. 2-е, перераб. и доп. — М.: «Медицина», 1990. — 400 с.
10. Нормативное обеспечение контроля качества воды: Справочник. — М.: «Госстандарт России», 1995.
11. Санитарно-гигиенические методы исследования пищевых продуктов и воды: Справочное пособие / Под ред. проф. Г.С. Яцулы. — Киев: «Здоровья», 1991.
12. Унифицированные методы анализа вод / Под ред. Ю.Ю. Лурье. — М.: «Химия», 1973.

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

13. *Фомин Т.С.* Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной опасности по международным стандартам: Энциклопедический справочник. — 2-е изд., перераб. и доп. — М.: «Проректор», 1995.
14. Эколого-аналитические методы исследования окружающей среды: Учебное пособие / Т.И. Прожорина, Н.В. Каверина, А.Н. Никольская, А.Г. Муравьев и др. — Воронеж: «Истоки», 2010. — 304 с.
15. Экспресс-анализ экологических проб: Практическое руководство / Ю.С. Другов, А.Г.Муравьев, А.А.Родин. — М.: БИНОМ. Лаборатория знаний — 2010. — 424 с.: ил.
16. Water analysis handbook. — HACH Company, Loveland, Colorado, USA, 1992.

СПИСОК НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ

Российские государственные и международные стандарты

ГОСТ 8.417-2002. ГСИ. Единицы физических величин.

ГОСТ 17.1.5.05-77. Охрана природы. Гидросфера. Общие требования к отбору поверхностных и морских вод, льда и атмосферных осадков.

ГОСТ 2761-84. Источники централизованного хозяйственно-питьевого водоснабжения. Гигиенические, технические требования и правила выбора.

ГОСТ 2874-82. Вода питьевая. Гигиенические требования и контроль за качеством.

ГОСТ 3351-74. Вода питьевая. Методы определения вкуса, запаха, цветности и мутности.

ГОСТ 4011-72 Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа

ГОСТ 4151-72. Вода питьевая. Метод определения общей жесткости.

ГОСТ 4192-82. Вода питьевая. Методы определения минеральных азотосодержащих веществ.

ГОСТ 4212-76. Реактивы. Методы приготовления растворов для колориметрического и нефелометрического анализа.

ГОСТ 4245-72. Вода питьевая. Методы определения содержания хлоридов.

ГОСТ 4386-89. Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов.

ГОСТ 4517-87. Реактивы. Методы приготовления вспомогательных реактивов и растворов, применяемых при анализе.

ГОСТ 4919.1-77. Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления растворов индикаторов.

ГОСТ 4919.2-77. Реактивы и особо чистые вещества. Методы приготовления буферных растворов.

ГОСТ 18165-89. Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации алюминия.

СПИСОК НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ

ГОСТ 18190-72. Вода питьевая. Метод определения содержания остаточного активного хлора.

ГОСТ 18293-72. Вода питьевая. Методы определения содержания свинца, цинка, серебра.

ГОСТ 18309-72. Вода питьевая. Метод определения содержания полифосфатов.

ГОСТ 18826-73. Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов.

ГОСТ 23268.2-91. Воды минеральные питьевые лечебные, лечебно-столовые и природные столовые. Методы определения двуокси углерода.

ГОСТ 24481-80. Вода питьевая. Отбор проб.

ГОСТ 24902-81. Вода хозяйственно-питьевого назначения. Общие требования к полевым методам анализа.

ГОСТ 26423-85. Почвы. Методы определения удельной электрической проводимости, pH и плотного остатка водной вытяжки.

ГОСТ 26483-85. Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее pH по методу ЦИНАО.

ГОСТ 27384-2002. Вода. Нормы погрешности измерений показателей состава и свойств.

ГОСТ 52963-2008 Вода. Методы определения щелочности и массовой концентрации карбонатов и гидрокарбонатов.

ГОСТ Р 51232-98. Вода питьевая. Общие требования к организации и методам контроля качества.

ГОСТ Р 51592-2000 Вода. Общие требования к отбору проб.

ГОСТ Р 52029-2003. Вода. Единицы жесткости.

ГОСТ Р 52407-2005 Вода питьевая. Методы определения жесткости.

ИСО 5667-2:1991 Качество воды. Отбор проб. Часть 2. Руководство по методам отбора проб.

ИСО 5813:1983 Качество воды. Определение содержания растворенного кислорода. Йодометрический метод.

ИСО 5815-2:2003 Качество воды. Определение биохимической потребности в кислороде по истечении n суток (BOD_n). Часть 2. Метод контроля неразбавленных образцов.

ИСО 6058:1984 Качество воды. Определение суммарного содержания кальция и магния. Титриметрический метод с применением ЭДТА.

ИСО 6059:1984 Качество воды. Определение содержания кальция. Титриметрический метод с применением ЭДТА.

ИСО 6878:1998 Качество воды. Спектрометрический метод определения содержания фосфора с применением молибдата аммония.

ИСО 7027:1990 Качество воды. Определение мутности.

ИСО 8467:1993 Качество воды. Определение перманганатного числа.

ИСО 9297:1989 Качество воды. Определение содержания хлорида. Титрование нитратом серебра с применением хромата в качестве индикатора (метод Мора).

Методики выполнения измерений (МВИ) на основе тест-комплектов ЗАО «Крисмас+»

МВИ-01-190-09. МВИ массовой концентрации железа общего в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Железо».

МВИ-02-144-09. МВИ массовой концентрации хлоридов в пробах питьевой и природных вод аргентометрическим методом на основе тест-комплекта «Хлориды».

МВИ-04-148-10. МВИ массовой концентрации ионов аммония в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Аммоний».

МВИ-05-240-10. МВИ массовой концентрации фосфат-ионов в пробах питьевой и природных вод фотоколориметрическим методом на основе тест-комплекта «Ортофосфаты».

МВИ-06-151-11. МВИ массовой концентрации остаточного алюминия в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Алюминий».

МВИ-07-149-11. МВИ массовой концентрации нитрит-аниона в пробах питьевой и природных вод фотоколориметрическим методом на основе тест-комплекта «Нитриты».

МВИ-08-152-11. МВИ массовой концентрации ПАВ анионоактивных в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «ПАВ-А».

МВИ-09-164-10. МВИ массовой концентрации формальдегида в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Формальдегид».

МВИ-10-157-11. МВИ цветности природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Цветность».

МВИ-11-158-10. МВИ массовой концентрации гидразина в пробах природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Гидразин».

МВИ-12-163-11. МВИ массовой концентрации фенолов летучих без отгонки в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Фенолы».

СПИСОК НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ

МВИ-14-155-11. МВИ массовой концентрации фторидов в пробах питьевой и природных вод фотометрическим методом на основе тест-комплекта «Фториды».

МВИ-15-142а-11. МВИ массовой концентрации сульфатов в пробах питьевой и природных вод титриметрическим методом на основе тест-компонента «Сульфаты».

Методики количественного химического анализа вод (ПНД Ф, 14... РД)

ПНД Ф 14.1:2.96-97. МВИ массовой концентрации хлоридов в пробах природных и очищенных сточных вод аргентометрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2.98-99. МВИ жесткости в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2.101-97 (2004). МВИ массовой концентрации растворенного кислорода в пробах природных и очищенных сточных вод йодометрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2.106-97 (2004). МВИ массовой концентрации фосфора общего в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом после окисления персульфатом.

ПНД Ф 14.1:2.107-97. МВИ содержания сульфатов в пробах природных и очищенных сточных вод титрованием солью бария в присутствии ортанилового К.

ПНД Ф 14.1:2.112-97 (2004). МВИ массовой концентрации фосфат-ионов в пробах природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом восстановлением аскорбиновой кислотой.

ПНД Ф 14.1:2.113-97. МВИ массовой концентрации активного хлора в пробах природных и очищенных сточных вод титриметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2.179-02. МВИ массовой концентрации фторид-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с лантан (церий) ализаринкомплексом.

ПНД Ф 14.1:2.245-07. МВИ свободной и общей щелочности в природных и сточных водах титриметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2.258-2010. МВИ массовой концентрации анионноактивных ПАВ в природных и сточных водах фотометрическим методом с метиленовым синим.

ПНД Ф 14.1:2.2-95. МВИ массовой концентрации общего железа в природных и сточных водах фотометрическим методом с *o*-фенантролином.

ПНД Ф 14.1:2.3-95. МВИ массовой концентрации нитрит-ионов в природных и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Грисса.

СПИСОК НОРМАТИВНЫХ ДОКУМЕНТОВ

ПНД Ф 14.1:2:3:4.123-97. МВИ биохимической потребности в кислороде после n дней инкубации (БПК полн.) в поверхностных пресных, подземных (грунтовых), питьевых, сточных и очищенных сточных водах.

ПНД Ф 14.1:2:4.154-99. МВИ перманганатной окисляемости в пробах питьевых, природных и сточных вод титриметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2:4.166-2000. МВИ массовой концентрации алюминия в пробах природных, очищенных сточных и питьевых вод фотометрическим методом с алюминоном.

ПНД Ф 14.1:2:4.207-04. МВИ цветности питьевых, природных и сточных вод фотометрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2:4.213-05. МВИ мутности питьевых, природных и сточных вод турбидиметрическим методом.

ПНД Ф 14.1:2:4.259-2010. МВИ массовой концентрации железа в пробах питьевых, природных и очищенных сточных вод фотометрическим методом с *o*-фенантролином

ПНД Ф 14.1:2:4.262-2010. МВИ массовой концентрации ионов аммония в питьевых, поверхностных (в том числе морских) и сточных водах фотометрическим методом с реактивом Несслера

ПНД Ф 14.2.99-97. МВИ массовой концентрации гидрокарбонатов в пробах природных вод титриметрическим методом.

РД 52.24.395-2007. Жесткость воды. МВИ титриметрическим методом с трилоном Б.

РД 52.24.403-95. Методические указания. Комплексонометрические определения кальция в водах.

РД 52.24.419-95. Методические указания. Йодометрическое определение растворенного кислорода в водах.

РД 52.24.420-95. Методические указания. Определение в водах биохимического потребления кислорода скляночным методом.

РД 52.24.480-95. Методические указания. Ускоренное экстракционно-фотометрическое определение в воде суммы летучих фенолов.

РД 52.24.493-2006. Массовая концентрация гидрокарбонатов и величина щелочности поверхностных вод суши и очищенных сточных вод. Методика выполнения измерений титриметрическим методом.

РД 52.24.497-2005. Цветность поверхностных вод суши. МВИ фотометрическим и визуальными методами.

Алфавитный указатель

А

Активный хлор
 см. «Хлор активный»
Алюминий 11, 24, 59, **72**
Аммиак 59
Аммоний 11, 20, 24, 59, **76**
Аэрация проб 81

Б

Батометр 56
Безопасная работа, правила
 см. «Правила безопасной работы»
Биохимическое потребление кислорода
 (БПК) 11, 21, 59, **79**
Бюретка 34

В

Взвешенные вещества 59
Визуальное колориметрирование 35
Вкус **83**
Водопроводная сеть 58
Водородный показатель (рН) 15, 20,
 24, **84**

Г

Гидрокарбонаты 12, 20, **113**
Гидразин 12, 24,
Главные ионы 185

Д

Диоксид углерода 12, 24, **87**
Диск Секки 141
Дождемер 57

Ж

Железо 12, 20, 24, **96**
Жесткость, карбонатная 20, **113**
Жесткость, общая 14, 20, 24, **101**

З

Закон Бугера-Ламберта-Бера 35
Запах **109**

И

Инкубация проб 80
Интенсивность окраски 35

К

Кадмий 136
Калий 185
Кальций 12, 20, 24, **101**
Карбонатная жесткость
 см. «Жесткость карбонатная»
Карбонаты 12, 20, 24, **113**
Кислород растворенный 13, 21, **122**
Кислородные склянки 81
Кислородный режим водоема 122
Кислотность 13, 24, **133**
Кислотность почвы 13, 24
Колориметрические методы 35
Колориметрические пробирки 35
Колориметрические склянки 36
Консервация проб 58
Контрольные шкалы 36
Концентрация веществ в растворах 28

Концентрация вещества:

- мольная доля
- см. «Мольная доля»
- моляльная
- см. «Моляльная концентрация»
- молярная
- см. «Молярная концентрация»
- нормальность
- см. «Молярная концентрация эквивалента»

М

- Магний 20, **101**
- Масло и нефтепродукты 24,
- Массовая доля 30
- Медь 13, 62,
- Металлы, сумма тяжелых 13, 20, 24, **136**
- Метод argentометрического титрования 229
- Метод бумажно-хроматографический 146
- Метод визуально-колориметрический 35
- Метод визуальный 142
- Метод Винклера 80, 122
- Метод йодометрический 80, 122, 223
- Метод колориметрический см. «Колориметрические методы»
- Метод конверта 67
- Метод Кубеля 162
- Метод органолептический 110
- Метод расчетный 185
- Метод титриметрический 32
- Метод турбидиметрический 188
- Метод фотоколориметрический 37
- Метод экстракционно-колориметрический 137
- Методика выполнения измерений 38
- Мольная доля 31
- Моляльная концентрация 31
- Молярная концентрация 29

Молярная концентрация эквивалента 29

Мутномер 189

Мутность 13, 24, **141****Н**

- Набор для экстракции 149
- Насыщение воды кислородом 131
- Натрий 20, **187**
- Нейтрализация отходов 51
- Нефтепродукты 14, 62, **146**
- Нитраты 14, 20, 24, 62, **153**
- Нитриты 14, 20, 24, 63, **158**
- Нитрификация 79
- «НКВ», полевая лаборатория 18
- Нормальность см. «Молярная концентрация эквивалента»

О

- Оборудование для отбора и подготовки проб 54
- Общая жесткость см. «Жесткость общая»
- Общая минерализация 63
- Общее солесодержание 186
- Общий фосфор 21, **208**
- Объединенная проба, почва 64
- Окисляемость перманганатная 14, 24, 63, **161**
- Определение, количественное 47
- Определение, параллельное 47
- Определение, полуколичественное 47
- Определение, сходимость 47
- Оптическая плотность 35
- Органические загрязнения 79
- Органолептические методы 32
- Ортофосфаты 24, **208**
- Отбор проб, вода 55
- Отбор проб, воды из водопроводных сетей 58

Алфавитный указатель

Отбор проб, грунтовых вод 57
Отбор проб, из озёр (прудов) 56
Отбор проб, из рек и водных потоков 55
Отбор проб, консервация 58
Отбор проб, общие правила 54
Отбор проб, осадков 56
Отбор проб, почва 66

П

Пенистость 169
Перманганатный индекс 161
Поверхностно-активные вещества
 анионоактивные (ПАВ-А) 15, 24,
 169
Погрешность измерений 42
Погрешность измерений, абсолютная 44
Погрешность измерений, грубая 43
Погрешность измерений,
 относительная 44
Погрешность измерений,
 систематическая 43
Погрешность измерений, случайная 44
Полифосфаты 64, **208**
Почвенные вытяжки 66
Почвенные вытяжки, приготовление 69
Почвенные вытяжки, водная вытяжка 69
Почвенные вытяжки, солевая вытяжка 71
Правила безопасной работы 51
Правила безопасной работы, с едкими
 веществами 52
Правила безопасной работы,
 с растворителями 52
Привкус **83**
Пробы почвы, подготовка к анализу 68
Пробы, посуда для отбора 54
Пробы, представительность 69
Пробы, разовые 54
Пробы, репрезентативные 54
Пробы, смешанные 54
Пробы, фиксация 123

Прозрачность 13, **141**
Протокол исследования качества
 воды 237

Р

Рабочие условия при анализе 27
Растворенный кислород
 см. «Кислород растворенный»
Растворители, правила работы 52
Реактив Несслера 76

С

Свинец 15, 62, **173**
Сероводород 15, 24, **179**
Солесодержание общее
 см. Общее солесодержание
Спектрофотометры 37
Стандартный раствор 32
Стехиометрическое взаимодействие 32
Сульфаты 15, 20, 24, 64, **188**
Сульфиды 64, **179**
Сухой остаток 20, 63, **185**

Т

Тест-комплекты 23
Титрант 32
Точка эквивалентности 32
Точность анализа 45

Ф

Факторы опасности при анализе 50
Фенолы 16, 24, 39, 65, **195**
Фиксация кислорода 123
Формальдегид 16, 24, **202**
Фосфаты 21,
Фотоколориметрирование проб 37
Фотоколориметрирование, набор-
 укладка 238
Фтор 218
Фториды 16, 21, 24, **218**

Х

Химическое потребление кислорода
(ХПК) 161

Хлор активный 17, 24, **223**

Хлор, остаточный 65

Хлориды 17, 21, 39, **228**

Хлорамины 223

Ц

Цветность 17, 24, **232**

Цинк 62, **136**

Щ

Щелочность 12, 24, **113**

– общая **118**

– свободная **117**

Э

Эвтрофикация 208

Экотест–2020 238

Примечание. Жирным шрифтом выделены номера страниц, на которых находятся описания методик определения показателей.