

**БРЯНСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ АГРАРНЫЙ УНИВЕРСИТЕТ
ИНСТИТУТ ЭКОНОМИКИ И АГРОБИЗНЕСА
Кафедра агрохимии, почвоведения и экологии**

**Г.В. Чекин
Е.В. Мартынова**

ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Практикум

Для студентов, обучающихся по направлению подготовки
35.03.03 Агрохимия и агропочвоведение
Профиль Агроэкология

БРЯНСК 2017

УДК54:504.06 (076.5)

ББК 24:20.1

Ч 37

Чекин, Г.В. Химия окружающей среды: практикум для студентов, обучающихся по направлению подготовки 35.03.03 «Агрохимия и агропочвоведение», профиль – Агроэкология / Г.В. Чекин, Е.В. Мартынова. – Брянск: Изд-во Брянского ГАУ, 2017. – 38 с.

СОСТАВИТЕЛИ:

к.с.-х.н., доцент **Чекин** Геннадий Владимирович;

к.б.н., доцент **Мартынова** Елена Владимировна.

РЕЦЕНЗЕНТ: к.с.-х.н., доцент, **Кротов** Дмитрий Геннадьевич.

Рекомендовано к изданию методической комиссией института экономики и агробизнеса Брянского государственного аграрного университета протокол №3 от 31.01.17 г.

© Брянский ГАУ, 2017

© Г.В. Чекин, 2017

© Е.В. Мартынова, 2017

СОДЕРЖАНИЕ

Предисловие	4
Рекомендуемая литература	5
Порядок работы в химической лаборатории.....	5
Техника безопасности при работе в химической лаборатории.....	6
Правила оформления лабораторной работы.....	7
Занятие 1. Методика отбора проб воздуха.....	7
Занятие 2. Определение концентрации загрязняющих веществ в воздухе с помощью мини-экспресс лаборатории "Пчелка-Р".....	12
Занятие 3. Методика отбора проб воды.....	16
Занятие 4. Ораголептические свойства воды.....	21
Занятие 5. Жесткость воды.....	25
Занятие 6. Окисляемость воды (перманганатная).....	27
Занятие 7. Определение химического поглощения кислорода (ХПК).	29
Занятие 8. Определение биохимической потребности в кислороде (БПК).....	31
Занятие 9. Отбор проб почвы.....	35
Занятие 10. Определение кислоторастворимых форм тяжелых металлов в почве.....	35

ПРЕДИСЛОВИЕ

Целью освоения дисциплины «Химия окружающей среды» является получение студентами теоретических и практических знаний и приобретение умений и навыков в области химии атмосферы, гидросферы и литосферы.

В процессе освоения дисциплины, у обучающихся формируются следующие компетенции:

ОПК-2 Способностью использовать основные законы естественнонаучных дисциплин в профессиональной деятельности, применять методы математического анализа.

Знать: основные понятия и законы и понятия химии; химию элементов и их соединений.

Уметь: применять общие законы химии в профессиональной деятельности, предсказывать возможность и направление протекания реакций, производить соответствующие вычисления.

Владеть: современной химической терминологией, знаниями по теоретическим основам современных методов анализа; проводить статистическую обработку результатов анализа.

ПК-9: Способностью к проведению экологической экспертизы сельскохозяйственных объектов.

Знать: методы контроля качества окружающей среды; нормативную базу оценки состояния земель сельскохозяйственного назначения, растений; нормативные и правовые документы своей деятельности.

Уметь: прогнозировать последствия изменений химического состава нижней части атмосферы, гидросферы, верхней части литосферы, для живого вещества биосферы; выбирать и осуществлять необходимый метод анализа для природного объекта; проводить контроль состояния качества окружающей среды.

Владеть: владеть методами контроля качества окружающей среды; правильной эксплуатацией основных приборов и оборудования в современной лаборатории; профессиональной информацией и её использованием в соответствии с полученными результатами анализов.

В результате освоения дисциплины обучающийся должен:

Знать:

химический состав, строение и физико-химические процессы, протекающие в различных слоях атмосферы; химический состав природных вод и физико-химические процессы, протекающие в них; химический состав литосферы, миграцию химических веществ в литосфере, геохимические барьеры; источники и виды химического загрязнения биосферы, способы ее самоочищения; миграцию токсикантов в системе литосфера – почва – растение – человек.

Уметь:

прогнозировать последствия изменений химического состава нижней части атмосферы, гидросферы и верхней части литосферы для живого вещества

биосферы; выбирать и осуществлять необходимый метод анализа того или иного природного объекта.

Владеть:

владеть методами контроля качества окружающей среды; правильной эксплуатацией основных приборов и оборудования современной лаборатории; обработкой и интерпретированием результатов эксперимента; использованием результатов полученных данных в профессиональной деятельности.

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Голдовская Л.Ф. Химия окружающей среды: учеб. для вузов. М.: Мир, 2005.
2. Хаханина Т.И., Никитина Н.Г., Суханова Л.С. Химия окружающей среды: учеб. для бакалавров. М.: Юрайт, 2013.
3. Зуев Е.Т., Фомин Г.С. Питьевая и минеральная вода. Требования мировых и европейских стандартов к качеству и безопасности. М.: Протектор, 2003.
4. Фомин Г.С., Фомин А.Г. Почва. Контроль качества и экологической безопасности по международным стандартам: справочник. М.: Протектор, 2001.
5. Фомин Г. С. Вода. Контроль химической, бактериальной и радиационной безопасности по международным стандартам: энцикл. справ. М.: Протектор, 2000.
6. Фомин Г.С., Фомина О.Н. Воздух. Контроль загрязнений по международным стандартам: справочник. М.: Протектор, 2002.
7. Алексеев В.А. Экологическая геохимия: учеб. для вузов. М.: Логос, 2000.

ПОРЯДОК РАБОТЫ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1. За студентом в химической лаборатории закрепляется постоянное рабочее место, которое он обязан содержать в чистоте и порядке.

2. Студент приступает к занятию после предварительного изучения соответствующего раздела в настоящем практикуме. Ему должна быть ясна цель, значение предстоящей работы и ход её выполнения.

3. Для обеспечения работы на каждом занятии в помощь лаборанту староста назначает дежурного. В конце занятия студенты сдают рабочие места дежурному, а он - лаборанту.

4. Перестановка и вынос химической посуды, реактивов и оборудования из лаборатории без разрешения преподавателя или лаборанта запрещены.

5. Студент обязан вести тетрадь лабораторно-практических занятий, которая является отчетным документом о выполнении задания.

ТЕХНИКА БЕЗОПАСНОСТИ ПРИ РАБОТЕ В ХИМИЧЕСКОЙ ЛАБОРАТОРИИ

1. Работать в химической лаборатории нужно в халате, чтобы попавшие реактивы не загрязняли и не разрушали одежду. На первом же занятии необходимо организовать своё рабочее место, ознакомиться с расположением реактивов и приборов, убрать всё лишнее в ящик стола.
2. Рабочее место студента, его посуда и приборы всегда должны быть безукоризненно чистыми. Перед началом работы следует изучить свойства используемых веществ, устройство аппаратуры и меры безопасности.
3. Опыты всегда нужно делать с такими количествами веществ и в такой последовательности и условиях, которые указаны в руководстве.
4. Бурно протекающие реакции, следует проводить приняв надлежащие меры предосторожности, за стеклом вытяжного шкафа.
5. Нюхать вещества нужно не наклоняясь над сосудом и не вдыхая полной грудью, а только направляя к себе пары или газ движением руки.
6. **Категорически** запрещается пробовать что-либо на вкус, принимать в лаборатории пищу и пользоваться для питья какой-либо химической посудой.
7. Запрещается набирать ртом при помощи пипетки и трубки ядовитые или могущие причинить ожоги жидкости. Для этого следует пользоваться пипетками снабженными всасывающим устройством, бюреткой или мерным цилиндром.
8. Все опыты с ядовитыми, вредными для здоровья и дурно пахнущими веществами проводить обязательно под тягой в вытяжном шкафу.
9. При приготовлении растворов кислот надо вливать кислоту в воду, а не наоборот.
10. Проводя химические опыты, приборы следует располагать таким образом, чтобы реагирующие вещества в случае выбрасывания не могли попасть на самого экспериментатора или находящихся поблизости людей.
11. Строго запрещается производить какие-либо работы с легковоспламеняющимися веществами вблизи огня.
12. Воспламеняющиеся вещества, не растворимые в воде (бензин, скипидар и др.) следует тушить, накрывая пламя одеялом, асбестом, засыпая песком или при помощи огнетушителя.
13. Нельзя выливать в раковину концентрированные кислоты и щелочи, выбрасывать осадки, фильтры с почвой, почву, битое стекло, бумагу и т.п. Для этого служат ведра.
14. При пользовании спиртовкой запрещается зажигать их одну от другой, так как при этом можно разлить спирт и вызвать пожар. Нельзя задувать пламя спиртовки, тушат её, закрывая пламя колпачком.
15. **Нарушение настоящих правил при работе в почвенной лаборатории, приведшее к порче мебели, оборудования, приборов и т.п., влечёт за собой материальную ответственность.**

ПРАВИЛА ОФОРМЛЕНИЯ ЛАБОРАТОРНОЙ РАБОТЫ

Лабораторная работа должна быть аккуратно и грамотно оформлена в тетради по следующим правилам:

1. Номер занятия, название лабораторной работы;
2. Цели и задачи лабораторной работы;
3. Посуда и оборудование;
4. Методика выполнения работы (кратко);
5. Первичные данные, полученные на занятии;
6. Расчеты (если они требуются);
7. Выводы.

После оформления лабораторной работы, студент обязан отчитаться по данной теме преподавателю.

ЗАНЯТИЕ 1

МЕТОДИКА ОТБОРА ПРОБ ВОЗДУХА.

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на темы: «Экохимические процессы в атмосфере. Физико-химические свойства атмосферы». «Экохимические процессы в верхних слоях атмосферы». «Экохимические процессы в тропосфере с участием свободных радикалов».
2. Освоение методики отбора проб воздуха.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Проработать тему по рекомендуемой литературе и практикуму.
2. Законспектировать и выучить ход отбора проб воздуха.
3. Законспектировать и выучить ход определения хлористого водорода в пробе воздуха.

Основные вопросы для контроля теоретических знаний

1. Спектр излучения Солнца и спектр поглощения атмосферы.
2. Температурный профиль атмосферы.
3. Строение атмосферы.
4. Изменение атмосферного давления по высоте.
5. Методика отбора среднесуточных проб воздуха.

6. Методика отбора максимальных разовых проб воздуха.
7. Устройство и работа аспирационных приборов.
8. Поглощение токсических веществ различными поглотительными средами.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Изучить технику безопасности при работе в химической лаборатории.
2. Освоить методику отбора проб воздуха.
3. Определить содержание хлористого водорода в пробе воздуха.

3. Отбор проб воздуха

Постоянный контроль за состоянием атмосферного воздуха осуществляется путем отбора максимальных разовых и среднесуточных проб воздуха, в точках, расположенных в заранее определяемых местах. С целью правильного размещения точек отбора проб необходимо располагать планом исследуемого района с нанесением на этот план основных ориентиров. Следует иметь данные, характеризующие то или иное предприятие как источник загрязнения атмосферного воздуха. Это поможет установить время отбора проб воздуха в течение суток или сезона, а также определить расстояния, на которых необходимо вести отбор проб воздуха.

При расстановке точек отбора проб учитывают метеорологические и рельефные особенности размещения производств, сложившуюся ситуацию по взаиморасположению объектов и жилых районов, а также другие специфические особенности.

Одновременно с отбором проб на всех точках производят наблюдения за скоростью и направлением ветра, отмечают атмосферное давление и температуру.

Отбор максимальных разовых проб. При изучении загрязнений атмосферного воздуха проводят отбор проб в зонах максимального загрязнения, непосредственно в факеле выброса. Отбор проб может быть проведен последовательно в каждой зоне обязательно с захватом факела.

Лучшим вариантом отбора максимальных разовых проб считают одновременный отбор во всех обследуемых зонах, причем в 2 – 4 точках, расположенных поперек в каждой зоне факела. Расстояние крайних точек относительно осевой обычно не превышает 5% расстояния от источника выброса до зоны исследования. При таком отборе проб учитывают максимальные показатели, боковые точки лишь подтверждают правильность расстановки точек.

Отбор проб под факелом осуществляется, как правило в течении 20 мин и не превышает 30 мин. В каждой точке отбирают не менее 25 проб в течение ряда дней на уровне 1,5 м от земли (в зоне дыхания).

В отдельных случаях отбирают разовые пробы в стационарах или подвижных точках без учета факела.

Отбор проб проводят аспиранием исследуемого воздуха через поглотительный прибор, в который помещен тот или иной сорбент, накапливают токсическое вещество до необходимых пределов.

Отбор среднесуточных проб. Среднесуточные пробы отбирают на стационарных и подвижных точках, на высоте 1,5 м от земли, на открытых площадках в удалении от строений. Выбирают точки отбора там где нет пыли. В стационарных точках отбор проб проводится периодически, не меняя их расположения. В подвижных точках отбор проб проводят также в течение суток, но, в зависимости от изменяющихся условий, перемещают точки отбора. При отборе проб в стационарных точках не учитывают направление ветра, и если пункт наблюдения выходит из факела, отбор проб продолжают. Обычно для отбора проб выбирают период наибольшего загрязнения атмосферного воздуха по условиям выброса или метеорологическим данным.

Рекомендуется отбирать среднесуточные пробы в количестве не менее 10 – 15 в сезон. Пробы отбирают в течение суток, причем допускается несколько вариантов исследований:

1) исследуемый воздух протягивают непрерывно в течение суток через один и тот же поглотительный прибор, наполненный поглотительным раствором, через фильтр, помещенный в патрон, или твердый сорбент;

2) исследуемый воздух протягивают через один и тот же поглотительный прибор, наполненный поглотительным раствором, через фильтр, помещенный в патрон, или твердый сорбент с перерывами в определенные промежутки времени, через 2 или 4 часа (без смены поглотительного прибора). Отбирают пробы в течение суток 6 или 12 раз по 20 – 30 мин;

3) в случае необходимости проследить динамику загрязнения воздуха района в различные часы суток, можно использовать способ отбора проб в разные поглотительные приборы. При этом воздух протягивают в течение 20 – 30 мин и каждую пробу анализируют отдельно.

При отборе проб воздуха необходимо учитывать состояние определяемого вещества в атмосфере (газ, пар, аэрозоль). В зависимости от этого отбор проб осуществляют в поглотительные приборы, содержащие поглотительные среды, или на фильтрующие материалы, помещенные в патроне.

Аспирационные способы отбора проб. Для поглощения токсических веществ из воздуха применяют аспирационные способы отбора проб (отбор проб в сосуды ограниченной емкости). В зависимости от условий применяют различные аспирационные устройства. Используют аспираторы, работающие от электросети или аккумуляторов, применяют автомобильный или водяные аспираторы различных конструкций.

Поглощение газов и паров в жидкие поглотительные среды. К жидким поглотительным средам относятся дистиллированная вода, органические растворители, специальные поглотительные растворы. Поглощение газов и паров может происходить путем растворения их в жидкой поглотительной среде или в результате взаимодействия токсического вещества с поглотительным раствором. Если поглощение основано на растворении вещества в рас-

творителе, то такое поглощение считается малоэффективным. Более полное поглощение достигается при использовании в качестве поглотительного раствора специальных реактивов, так как в результате взаимодействия, образуется нелетучее соединение.

Поглощение токсического вещества проводят при малых скоростях протягивания исследуемого воздуха и интенсивном охлаждении. Увеличение скорости отбора проб, а также повышение температуры ведет к улетучиванию как растворителя, так и исследуемого вещества. Во время отбора проб происходит испарение растворителя, при этом объем поглотительной среды уменьшается. Во избежание изменения объема пробы периодически, в процессе отбора, объем поглотительной жидкости доводят до первоначального уровня.

Поглощение газов и паров твердыми зерненными сорбентами. К твердым поглотительным средам относят зерненные сорбенты. При исследовании атмосферного воздуха чаще всего используют силикагель и активированный уголь. Твердые зерненные сорбенты характеризуются рядом положительных свойств – они удобны при хранении и транспортировке, обладают повышенными сорбционными свойствами при пониженных температурах.

Силикагель – пористое тело с сильно развитой поверхностью, зерна его характеризуются механической прочностью. Силикагель обладает ценным качеством – способностью сорбировать вещества и после специальной обработки восстанавливать свои первоначальные свойства. В зависимости от величины пор и формы зерен силикагель разделяют на мелкопористый, крупнопористый и гранулированный.

В ряде случаев для поглощения токсических веществ применяют активированный уголь, который, как и силикагель, представляет собой пористое тело. Уголь, как и силикагель, перед употреблением проверяют на чистоту, т.е. проводят контрольный опыт.

Для сорбции токсических веществ на твердых зерненных сорбентах, последние помещают в специальные трубки или поглотительные приборы. Поглощение производится в неподвижном или «кипящем» слое.

Поглощение аэрозолей. Для поглощения аэрозолей из воздуха используют фильтрующие материалы: плотные бумажные фильтры (беззольные), фильтры из тонких волокон и др., которые в виде дисков помещают в специальные патроны. В практике исследования воздушной среды для поглощения аэрозолей широко используют аналитические фильтры аэрозольные (АФА). Они обладают высокой задерживающей способностью, негигроскопичны, стойки к химической агрессивным средам, растворимы в ацетоне и дихлорэтане. Пары и газообразные примеси фильтр АФА не задерживает.

Аспирационные приборы. Отбор проб в жидкие, твердые поглотительные среды, а также на фильтры проводят динамическим аспирационным способом при помощи специальных приборов. Такими приборами являются водяные аспираторы, электроаспираторы. При этом объем исследуемого возду-

ха определяют при помощи самих аспираторов, или с применением измерительной аппаратуры.

Простейшими приборами для отбора проб воздуха являются водяные аспираторы, работающие по принципу сообщающихся сосудов. Объем вытекаемой воды соответствует количеству воздуха, протянутого через поглотительный прибор.

Отбор круглосуточных проб проводят водяным аспиратором системы Рязанова. Этот аспиратор состоит из двух баков, расположенных один под другим. Емкость баков до 500 л. Баки сообщаются между собой через трубку с краном, которым регулируется скорость вытекания воды из верхнего бака в нижний. Зимой аспиратор наполняют 26 %-ным раствором поваренной соли.

Измерение объема исследуемого вещества. Для учета объема и скорости аспирируемого воздуха применяют реометры и другие приборы.

Реометр состоит из стеклянной V-образной манометрической трубки, части которой соединены между собой горизонтальной трубкой, в которую впаяна диафрагма. Манометрической жидкостью является очищенный керосин ($\rho = 0,82$) или вода. При пропускании воздуха в той части манометрической трубки, которая находится до диафрагмы, создается давление, а в трубке, находящейся после диафрагмы – разрежение, способствующее поднятию уровня манометрической жидкости: этот уровень и соответствует скорости проходящего воздуха.

Также могут быть использованы и сухие ротаметры, представляющие собой вертикально расположенную стеклянную трубку в виде усеченного конуса. Внизу трубки на специальном стержне помещен поплавок строго определенного веса. Поток воздуха поднимает поплавок на уровень, соответствующий скорости движения воздуха. Объем воздуха, взятого для анализа, равен произведению скорости протягивания воздуха на время протягивания. При отборе проб отмечают температуру воздуха ($^{\circ}\text{C}$) и атмосферное давление (мм. рт. ст.). В зависимости от сезона года эти данные не идентичны. Для получения сопоставимых результатов объем исследуемого воздуха приводят к нормальным условиям ($t = 0^{\circ}\text{C}$, $P = 760$ мм. рт. ст.).

ЗАНЯТИЕ 2

ОПРЕДЕЛЕНИЕ КОНЦЕНТРАЦИИ ЗАГРЯЗНЯЮЩИХ ВЕЩЕСТВ ВОЗДУХЕ С ПОМОЩЬЮ МИНИ-ЭКСПРЕСС ЛАБОРАТОРИИ "ПЧЕЛКА-Р"

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Экохимические процессы в атмосфере. Физико-химические свойства атмосферы». «Экохимические процессы в верхних слоях атмосферы». «Экохимические процессы в тропосфере с участием свободных радикалов».
2. Освоение методики определения загрязняющих веществ в воздухе с помощью мини-экспресс лаборатории «Пчелка-Р».

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Проработать тему по рекомендуемой литературе и практикуму.
2. Законспектировать и выучить порядок работы с мини-экспресс лабораторией «Пчелка-Р».

Основные вопросы для контроля теоретических знаний

1. Химический состав атмосферы, его изменение по высоте.
2. Переменные компоненты воздуха – поллютанты.
3. Механизмы циркуляции воздушных масс в тропосфере и стратосфере.
4. Роль вертикальных воздушных переносов в распространении поллютантов.
5. Химический состав экзосферы и ионосферы.
6. Фотохимическая диссоциация молекул O_2 и N_2 .
7. Значение ионосферы в поглощении УФ-излучения.
8. Границы и состав стратосферы.
9. Фотохимические механизмы поглощения мягкого УФ-излучения.
10. Проблема "Озоновых дыр".
11. Опасность промышленного и бытового использования фреонов.
12. Границы и состав тропосферы.
13. Природные и антропогенные поллютанты тропосферы.
14. Оксиды азота, их источники.
15. Фотохимические превращения NO_x в тропосфере.
16. Моноксид углерода, его источники и воздействие на человека, животных, растения.
17. Диоксид углерода, его источники, содержание в атмосфере.
18. Понятие о "парниковом эффекте".

19. Взаимосвязь атмосферных циклов химических превращений кислорода, азота, углерода, воды.
20. Естественные радионуклиды в атмосфере.
21. Аэрозоли в тропосфере, их роль в загрязнении природных сред.
22. Понятие о "ядерной зиме".
23. Атмосферная пыль, ее источники, роль в загрязнении природных сред.
24. Процессы самоочистки воздуха в природе.
25. Роль атмосферных осадков в переносе загрязнителей на поверхность земли.
26. Очистка газовых выбросов от твердых частиц.
27. Очистка выбросов от газовых примесей.
28. Мониторинг состояния атмосферы.
29. Фотохимический смог, его воздействие на человека, растения, животных.
30. Фотохимические превращения летучих органических соединений.
31. Механизмы образования фотохимического смога.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Определить содержание концентрации загрязняющих веществ в воздухе с помощью мини-экспресс лаборатории "Пчелка-Р"

Оборудование:

Мини-экспресс лаборатории "Пчелка-Р"

Мини-экспресс лаборатория «Пчелка-Р» относится к средствам экспресс - мониторинга степени химической загрязненности объектов окружающей среды (воздух, промышленные газовые выбросы, вода, почва, сыпучие среды, пищевые продукты) с использованием простейших средств индикации - индикаторных трубок и тест-систем. В отличие от известных переносных комплектов химического контроля и газоопределителей типа ВПХР, имеющих достаточно узкий спектр функциональных возможностей, лаборатория «Пчелка-Р» имеет в своем составе все необходимые элементы для проведения измерений в условиях, когда необходимо оперативно оценить степень загрязненности окружающей среды.

В состав лаборатории «Пчелка-Р» входят: переносной контейнер-укладка (кейс) набор индикаторных трубок, набор тест-систем, дополнительное оборудование и принадлежности, включающие ручной насос-пробоотборник НП-3М (рис. 1).

«Пчелка-Р» компактна, мобильна и не зависит от источников электроэнергии, набор индикаторных трубок обычно включает 10 наименований ИТ различного назначения.

За счет использования вышеперечисленных технических решений достигается результат, обеспечивающий возможность проведения экспресс-анализов в условиях, когда необходимо квалифицированно и оперативно оценить степень загрязненности окружающей среды.

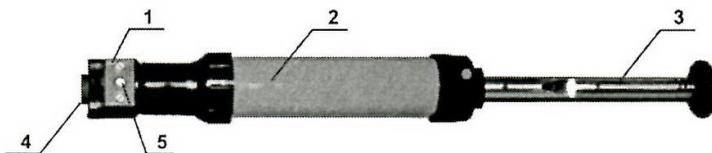


Рис. 1. Общий вид насоса-пробоотборника НП-3М (1 – насадка; 2 – цилиндр; 3 – шток; 4 – уплотнительная втулка; 5 – сигнальное устройство – индикатор завершения прососа).

Индикаторные трубки, входящие в состав лаборатории «Пчелка-Р», являются индикаторными трубками колористического типа (рис.2). Принцип их действия заключается в пропускании загрязненного воздуха через наполнитель (2) индикаторной трубки при просасывании его с помощью насоса-пробоотборника типа НП-3М. Во время этой процедуры происходит поглощение определяемого вещества из воздуха и специфическая химическая реакция с нанесенным на наполнитель реагентом, которая сопровождается образованием в ИТ окрашенных продуктов. Концентрацию вещества в воздухе определяют по длине прореагировавшего (изменившего окраску) слоя реагента колористической индикаторной трубки 2, находящегося между началом шкалы и внешней границей окрашенной зоны (рис.2).

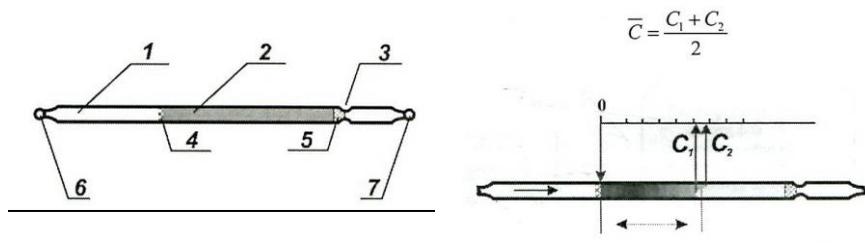


Рис 2. Устройство и определение концентрации по длине окрасившегося слоя наполнителя колористической индикаторной трубки (1 – корпус; 2 – наполнитель; 3 – перетяжка; 4,5 – тампоны; 6,7 – запаянные концы).

Принцип действия насоса-пробоотборника заключается в создании разрежения в цилиндре 2 при вытягивании штока 3 и заполнении цилиндра газовой пробой, поступающей через используемую индикаторную трубку, вставленную в уплотнительную втулку 4 насадки 1. При приведении насоса в исходное положение, путем вдвигания штока в цилиндр, воздух из цилиндра выходит через обратный клапан. Для контроля окончания просасывания пробы насос НП-3М снабжен - индикатором завершения прососа 5, представляющим собой контрольную мембрану, размещенную под смотровым окошком. При появлении разрежения в цилиндре 2 мембрана прогибается и из смотрового окна исчезает изображение черной точки (рис. 3).

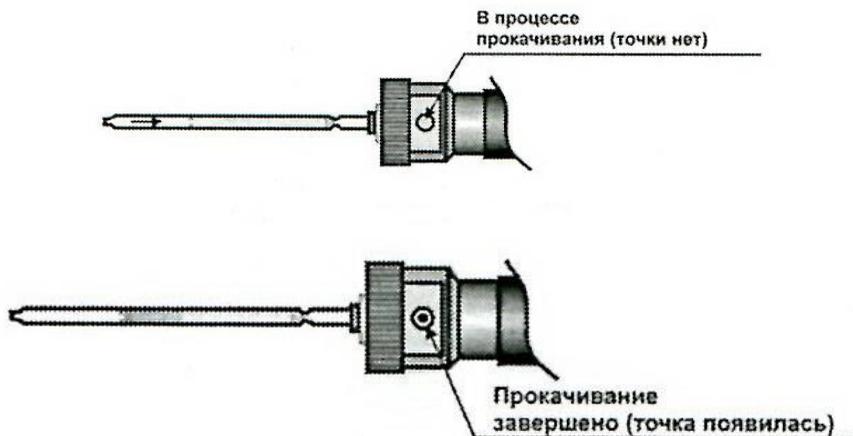


Рис. 3. Сигнальное устройство насоса-пробоотборника НП-3М.

При выравнивании давления внутри цилиндра 2 с атмосферным, мембрана возвращается в исходное положение и в смотровом окне появляется изображение черной точки, которое свидетельствует об окончании процесса просасывания газовой пробы через ИТ. Агрессивные вещества, которые могут попасть в цилиндр насоса из воздуха во время работы, поглощаются защитным патроном, помещенным в насадке.

Ход анализа:

Следуя инструкции по эксплуатации (п.п. 10 – 13) подготовьте насос и индикаторную трубку для проведения измерения. Проведите измерение, прокачивая необходимое количество воздуха (см. инструкцию к индикаторной трубке) через индикаторную трубку, присоединенную к насосу. Пользуясь шкалой (идет в комплекте с индикаторной трубкой) определите концентрацию загрязняющего вещества в исследуемом воздухе.

Сравните найденное содержание загрязняющего вещества в воздухе с ПДК, сделайте вывод.

ЗАНЯТИЕ 3 МЕТОДИКА ОТБОРА ПРОБ ВОДЫ

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Химия и экология природных вод. Краткие сведения о гидрохимии и гидробиологии. Антропогенное эвтрофирование водоемов».
2. Освоение методики отбора проб воды и их консервация.
3. Освоение методики определения органолептических свойств вод.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Аномальные физические и химические свойства воды.
2. Роль воды в атмосферном и гидросферном переносах тепла.
3. Гидрологический цикл воды.
4. Состав природных атмосферных осадков.
5. Источники пресной воды, понятие о поверхностных, грунтовых, подземных, артезианских водах.
6. Характеристика природных пресных вод.
7. Органолептические свойства воды, методика их определения.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Освоить методику отбора проб воды.
2. Познакомиться с методами консервации проб воды.
3. Освоить методики определения органолептических свойств воды

1. ОТБОР ПРОБ

Характеристика работы сооружений основывается, во избежание случайностей, на анализе средних проб за определенный промежуток времени. Обычно пользуются среднесуточными пробами.

Для характеристики состава поступающих и очищенных сточных вод пробы берут из подающего канала с глубины 0,5 м в пункте полного смешения и отсутствия условий для оседания взвешенных веществ. Пробы берут каждый час в течение суток в отдельные широкогорлые склянки (не менее 35 мм) емкостью 250—300 мл.

Смешивать отдельные пробы желательно пропорционально расходу сточной воды в лаборатории, куда доставляются все часовые пробы.

Пробы в очищенной жидкости для определения растворенного кислорода отбирают два раза в сутки (утром и вечером) и сразу же анализируют.

Отбор проб сопровождается измерением температуры. Отбросы с решеток собирают в ящик с дырчатым дном и взвешивают каждый час в течение суток. Пробы для анализа отбирают в объеме 500 мл из ящика каждый час, смешивают и доставляют в лабораторию.

Средние пробы осадка из песколовок и жироловок отбирают перед каждой выгрузкой, смешивают и доставляют в лабораторию.

Для определения степени осветления воды в первичных отстойниках, пробы сточной воды отбирают каждый час до и после отстойников, причем выходящую из отстойников воду берут с учетом времени пребывания ее в отстойниках.

Для характеристики осадка, выпускаемого из первичных отстойников, берут сменные и среднесуточные пробы по отдельным отстойникам или по всем (из сборного резервуара).

Пробы берут во время выпуска осадка в количестве 100 – 150 мл каждые 5 мин. и выливают в общее ведро в течение часа или смены.

Количество проб и продолжительность выпуска осадка регистрируют.

Ход процесса очистки жидкости в аэротенках контролируют определением дозы активного ила и его качеством, а также количеством растворенного кислорода в смеси жидкости и ила.

Дозу активного ила отбирают в сборных каналах или распределительных чашах вторичных отстойников в количестве 250 – 300 мл один раз в сутки или через 4 часа в дни полного анализа воды.

Периодически контролируют дозу ила и содержание растворенного кислорода во всех аэротенках.

Для взятия пробы воды используется склянка с притертой пробкой емкостью 250—300 мл, а для смеси воды с илом – склянка объемом 500 мл, куда предварительно наливается 2—3 мл раствора сулемы. Для характеристики активного ила берут одновременную пробу воды с илом в таком количестве, чтобы в пробе содержалось около 20 г сухого вещества ила. Пробы из метантенков отбирают в верхней его части или со дна – из крана на трубопроводе во время откачки осадка. Пробы отбирают в течение смены небольшими объемами по 200 – 400 мл и сливают в ведро. По окончании отбора хорошо перемешивают и берут около 1 л для анализа. Сток с иловых площадок характеризуется анализом одновременных проб из дренажных выпусков. Для характеристики степени подсушки осадка на иловых площадках отбирают средние пробы осадка по глубине слоя в различных местах залитых площадей.

Пробы воды отбирают на водоемах в 500—1000 м выше спуска сточных вод и ниже – по течению реки в пункте наиболее полного смешения сточных вод и речной воды.

Пробы для определения растворенного кислорода вынимают батометром на глубине 0,5 м от поверхности воды. При взятии проб измеряют температуру воды. Автоматический отбор желателен, но конструкции пробоотборников, как правило, не доработаны и поэтому трудно рекомендовать что-то определенное. Пробоотборник должен ежедневно отмываться от обрастаний

простейшими.

2 ТРАНСПОРТИРОВКА, ХРАНЕНИЕ И КОНСЕРВИРОВАНИЕ ПРОБ

Пробы воды перевозят в ящиках с гнездами, стенки которых обиты войлоком. На станции пробы в лабораторию доставляются в ящиках с гнездами на 4 – 6 мест. Обычное время хранения проб – сутки, т. е. период времени, требующий применения консервирующих средств. Наиболее совершенный

	Виды консервации			Хранение при $3-4^{\circ}\text{C}$	Начало анализа
	H_2SO_4 мл/л	HNO_3 мл/л	CHCl_3 мл/л		
Аммиак	1		2 – 4	+	сразу
БПК	не консервируется			–	ранее 24 ч.
Взвешенные вещества	не консервируется			–	сразу
Железо		5		–	
Жиры	2,5			–	сразу
Запах	не консервируется			–	сразу
Кислород	консервирование включено в ход определения			–	сразу
Кислотность	не консервируется			–	сразу
Нитриты	1		2 – 4	+	ранее 24 ч.
Нитраты	1		2 – 4	+	сразу
Окисляемость	1 – 10			+	сразу
pH	не консервируется			–	сразу
Прозрачность	не консервируется			–	сразу
Смола	2,5			–	сразу
Сульфаты	не консервируется				
Фенолы	а) при концентрации ниже 0,05 мг/л не консервируют б) при более высокой концентрации добавляют 4 мл 20% NaOH				сразу ранее 48 ч.
Фосфаты	не консервируется			–	сразу
Хлориды			2 – 4	–	сразу
Цианиды	Добавляют щелочь до pH = 11				
Щелочность	не консервируется			–	сразу
Экстрагируемые вещества	не консервируется			–	сразу

способ хранения – это хранение проб при низких температурах (+3° С), что относится как к сточной воде, так и к активному илу и осадку. Часть пробы, предназначенную для определения окисляемости перманганатной и бихроматной, азота аммонийных солей, общего азота консервируют прибавлением 25% H₂SO₄ (2 мл на 1 л). К другой порции, предназначенной для определения взвешенных веществ, азотной и азотистой кислот прибавляют хлороформ (2 мл на 1 л). К пробе, предназначенной для определения БПК, никакие консервирующие вещества не могут быть применены, ее нужно сохранять до смешения при низкой температуре (+3° С), так как хранение при комнатной температуре в течение шести часов может изменить БПК на 10 – 40%.

3. ПОДГОТОВКА ПРОБ К АНАЛИЗУ

Часовые пробы сточной воды размещают в порядке набора проб, т. е. по часам. При этом отмечают отклонение от обычного ее вида (цвет, наличие нефти, резкие изменения в количестве осадка и т. п.). При больших отклонениях могут быть проведены соответствующие определения в часовых пробах воды.

Затем составляют среднесуточную пробу путем смешивания равных количеств (100—150 мл) из часовых проб. При большом коэффициенте неравномерности притока пробы нужно смешивать пропорционально количеству поступающей сточной воды по часам. После этого среднюю пробу подвергают анализу. Большинство определений делается в натуральной воде, часть определений – в отстоянной (в течение двух часов), часть – в фильтрованной (через бумажный фильтр) воде.

В натуральной сточной воде, поступающей на очистные сооружения, делаются следующие анализы:

- 1) количество взвешенных веществ;
- 2) количество оседающих веществ, по объему и по весу;
- 3) БПК;
- 4) ХПК. В отстоянной в течение двух часов воде определяют:
- 5) окраску;
- 6) прозрачность;
- 7) рН;
- 8) азот аммонийных солей, азот нитритов и нитратов, если качественная реакция дала положительные результаты;
- 9) хлориды;
- 10) окисляемость;
- 11) фосфаты;
- 12) пробы на загниваемость (стойкость в сутках);

В фильтрованной воде определяются

- 1) плотный остаток;
- 2) 2) растворенное железо;
- 3) сульфаты.

Для характеристики отбросов с решеток среднюю (сменную или суточную) пробу сортируют по составу: текстиль, бумага, овощи, отходы с боен и пр. Часть средней пробы выделяют для определения влажности и зольности. Пробы осадка из песколовок и первичных отстойников смешивают пропорционально количеству выгруженного осадка. Среднюю пробу подвергают анализу. Перед анализом пробы осадок предварительно высушивают на водяной бане и измельчают на мельнице (для отбросов с решеток употребляют добавочно ножницы). Крупность помола должна быть такова, чтобы осадок просеивался через сито с отверстиями диаметром в 1 мм.

В воде из первичных отстойников производятся те же определения, что и в поступающей сточной воде, только без дополнительного отстаивания.

Пробы активного ила отфильтровывают под вакуумом в воронке Бюхнера через тонкий слой ваты, на который кладут слой марли. После фильтрации активный ил с влажностью около 85 – 90% распределяют тонким слоем на стекле и подсушивают на водяной бане или в сушильном шкафу при 60°C.

Воздушно-сухой ил растирают в ступке, пропускают через сито 0,5 мм и после дополнительного растирания – через сито 0,25 мм. При взятии навески для анализа исследуемый образец осадка или ила (20 – 40 г) распределяют тонким слоем на листе глянцевого бумаги, тщательно перемешивают стеклянной палочкой, разравнивают тонким слоем и делят двумя перпендикулярными чертами на 4 равные части. Две противоположные части соединяют вместе, перемешивают и вновь делят на 4 части, из них две противоположные части опять соединяют. Таким образом, пробу уменьшают до 5 – 6 г и из нее берут навески для анализа.

Навески для всех определений нужно брать по возможности одновременно, во избежание изменения гигроскопической влажности.

Пробу иловой жидкости из метантенков перед анализом фильтруют через складчатый фильтр или гигроскопическую вату, иногда прибегают к центрифугированию. Для всех определений следует пользоваться одной и той же порцией отфильтрованной жидкости. Пробу осадка перед анализом предварительно высушивают на водяной бане, причем в отдельной навеске делают определение влажности. Высушенную пробу измельчают на мельнице, как описано выше.

ЗАНЯТИЕ 4 ОРАГОЛЕПТИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВОДЫ

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Химия и экология природных вод. Краткие сведения о гидрохимии и гидробиологии. Антропогенное эвтрофирование водоемов».
2. Освоение методики определения органолептических свойств вод.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Аномальные физические и химические свойства воды.
2. Роль воды в атмосферном и гидросферном переносах тепла.
3. Гидрологический цикл воды.
4. Состав природных атмосферных осадков.
5. Источники пресной воды, понятие о поверхностных, грунтовых, подземных, артезианских водах.
6. Характеристика природных пресных вод.
7. Органолептические свойства воды, методика их определения.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Освоить методики определения органолептических свойств воды

Посуда и оборудование:

Мерный цилиндр ($V = 1\text{ л}$), цилиндр с отшлифованным дном, лист бумаги с текстом (высота букв – 2 мм), колба с широким горлом ($V = 150 - 200\text{ мл}$),

Ход работы:

1. Окраска.

Окраску сточной воды определяют качественно, причем отмечают окраску и степень ее интенсивности. Для качественного определения окраски профильтрованную воду наливают в цилиндр из бесцветного стекла; цилиндр ставят на белую бумагу; рядом с ним помещают такой же цилиндр с дистиллированной водой. Воду в цилиндрах рассматривают сверху вниз, и отмечают окраску: бесцветная, слабо-желтая, красноватая, буроватая и т.п. В воде, очищенной в аэротенках, иногда наблюдается специфический блеск, что отмечается термином «блестящая вода».

2. Запах.

Испытуемую воду наливают в колбу емкостью 150 – 200 мл с широким горлом на 2/3 ее объема, накрывают часовым стеклом, встряхивают и, сняв стекло, энергично втягивают носом воздух из колбы. Для запахов естественного происхождения дают определение по классификации, приведенной ниже в таблице:

А – ароматический;	П – плесневый;
Б – болотный;	Р – рыбный;
Г – гниlostный;	С – сероводородный;
Д – древесный;	Т – травянистый.

Запахи искусственного происхождения называют по соответствующим веществам: фенольный, бензиновый, хлорный, камфарный и т.д.

Аналогично определяют запах при нагревании воды до 60⁰С.

Оценку интенсивности запаха и его род производят в баллах, пользуясь следующими таблицами:

Классификация запахов естественного происхождения

Характер запаха	Примерный род запаха
Ароматический	Огуречный, цветочный
Болотный	Илистый, тинистый
Гниlostный	Фекальный, сточной воды
Древесный	Мокрой щепы, древесной коры
Землистый	Прелый, свежеспаханной земли, глинистый
Плесневый	Затхлый, застойный
Рыбный	Рыбы, рыбьего жира
Сероводородный	Тухлых яиц
Травянистый	Скошенной травы, сена
Неопределенный	Запахи естественного происхождения, подходящие под предыдущие определения

2) -Запахи искусственного происхождения (от промышленных выбросов, для питьевой воды — от обработки воды реагентами на водопроводных сооружениях и т. п.). Запахи этой группы называют по соответствующим веществам: хлорофенольный, камфорный, бензиновый, хлорный и т. п.

Интенсивность запаха воды (в баллах)

Балл	Интенсивность	Качественная характеристика
0	Никакого	Отсутствие ощутимого запаха
1	Очень слабый	Запах, не поддающийся обнаружению потребителем, но обнаруживаемый в лаборатории опытным исследователем
2	Слабый	Запах, не привлекающий внимания потребителя, но обнаруживаемый, если на него обратить внимание
3	Заметный	Запах, легко обнаруживаемый и могущий дать повод относиться к воде с неодобрением
4	Отчетливый	Запах, обращающий на себя внимание и делающий воду непригодной для питья
5	Очень сильный	Запах настолько сильный, что делает воду непригодной для питья

3. Прозрачность и мутность.

Степень мутности воды зависит от наличия в ней взвешенных веществ. Мутность воды характеризуется следующими терминами: прозрачная, опалесцирует, слабая муть, мутная.

Прозрачность воды определяется с помощью стеклянного цилиндра с отшлифованным дном (цилиндр Снеллена). Цилиндр градуирован по высоте на сантиметры, начиная со дна. Высота градуированной части составляет 30 см.

Испытуемую воду перед определением взбалтывают, наливают в цилиндр и ставят его неподвижно над шрифтом с высотой букв 2 мм, который должен находиться на расстоянии 4 см от дна. Отливая воду из цилиндра, находят предельную высоту столба воды, при которой чтение шрифта еще возможно. Определение производится в хорошо освещенном помещении, не прямо на свету, на расстоянии 1 м от окна.

Прозрачность выражается в сантиметрах высоты столба с точностью до 0,5 см. по окончании определения цилиндр опорожняется и ополаскивается чистой водой.

4. Вкус и привкус

Вкус и привкусы определяют как качественно, так и количественно по интенсивности в баллах. Различают четыре вида вкуса: соленый, горький, сладкий и кислый. Остальные вкусовые ощущения называют привкусами: хлорный, рыбный, металлический и т. п. Интенсивность вкуса и привкуса определяют по пятибалльной шкале так же, как и запах.

Вкус и привкус определяют в сырой воде при комнатной температуре и при 60° С. В воде открытых водоемов и источников, сомнительных в санитарном отношении, вкус воды определяют после ее кипячения. При исследовании в рот набирают 10—15 мл воды, держат несколько секунд, не проглатывая, и определяют характер и интенсивность вкуса и привкуса.

Баллы	Термин	Значение
0	Нет	Вкус вовсе не ощущается
1	Очень слаб	Вкус обычно не ощущаемый, но обнаруживаемый привычным наблюдением
2	Слабый	Вкус, обнаруживаемый потребителем, если на вкус обратить внимание
3	Заметный	Вкус слегка замечаемый и могущий вызвать неодобрительные отзывы потребителей
4	Отчетливый	Вкус, обращающий на себя внимание и могущий заставить воздержаться от питья
5	Очень сильный	Вкус настолько силен, что вода непригодна для питья

Оценка органолептических свойств воды

По результатам исследований, заполняют следующую таблицу:

Органолептические свойства воды	Параметр	Оценка
1. Окраска		
2. Запах		
3. Прозрачность		
4. Мутность		
5. Вкус		

Делают вывод о соответствии параметров нормативным документам.

ЗАНЯТИЕ 5 ЖЕСТКОСТЬ ВОДЫ

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Лигандный состав и формы существования ионов переходных металлов в природных водоемах. Их экологическая роль».
2. Освоение методики определения жесткости воды.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Жесткость воды и методы ее определения.
2. Естественные радионуклиды в природных водах.
3. Выпадение минеральных и органических осадков из поверхностных вод.
4. Разложение детрита в природных водоемах.
5. Вещества-загрязнители природных вод.
6. Эвтрофикация водоемов, ее причины.
7. Средства борьбы с эвтрофикацией.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Освоить методики определения карбонатной, некарбонатной и общей жесткости воды.

Посуда и оборудование:

Колбы мерные ($V = 500$ мл, 1 л), колбы конические ($V = 500$ мл), бюретки.

Реактивы:

1. Трилон Б, 0,1 и 0,05н растворы: в мерную колбу ($V = 1$ л) помещают 18,6 г трилона Б, растворяют его в дистиллированной воде и доводят объем до метки. Путем разведения раствора в два раза, готовят 0,05н раствор. Раствор устойчив в течение нескольких месяцев. Титр раствора устанавливают по 0,05н раствору хлорида цинка. Для этого 10 мл 0,05н раствора $ZnCl_2$ вносят в колбу для титрования, разбавляют дистиллированной водой до 100 мл, прибавляют 5 мл буферного раствора, 5 – 7 капель индикатора (эриохром черный) и титруют при сильном перемешивании 0,05н раствором трилона Б до изменения окраски в эквивалентной точке до синей с зеленоватым оттенком. Титрование проводят на фоне контрольной пробы.

2. Аммиачный буферный раствор: 10 г хлорида аммония помещают в мерную колбу ($V = 500$ мл), растворяют в дистиллированной воде, добавляют

50 мл 25%-ного раствора аммиака и доводят объем до метки. Раствор хранят плотно закрытым.

3. Индикатор эриохром черный, сухая смесь: 0,25 г индикатора смешивают с 50 г сухого хлорида натрия, предварительно тщательно растертого в ступке.

4. Индикатор мурексид, сухой.

Ход работы

1. Определение общей жесткости.

Мерной колбой отмеряют 100 мл анализируемой воды. Прибавляют к ней 5 мл буферной смеси, несколько кристалликов сухой смеси эриохрома черного. После тщательного перемешивания раствор окрашивается в винно-красный цвет. Смесь титруют 0,05н раствором трилона Б. Колбу с титруемым раствором непрерывно встряхивают. К концу титрования раствор меняет винно-красную окраску на фиолетовую. Раствор трилона Б прибавляют медленно, по каплям, перемешивая смесь в колбе после каждой капли. Титрование считается законченным, когда после очередной капли окраска раствора перейдет из фиолетовой в синюю (с зеленоватым оттенком). Если от прибавления лишней капли трилона Б окраска не изменится, титрование можно считать законченным.

По результатам титрования, заполняют следующую таблицу:

	1 повт.	2 повт.	3 повт.
Объем трилона, пошедшего на титрование, мл			

2. Определение содержания ионов кальция

В коническую колбу вместимостью 250 мл вносят 100 мл исследуемой воды, или меньший ее объем, разбавленный до 100 мл дистиллированной водой. Затем добавляют 2 мл 2н раствора гидроксида натрия и несколько кристалликов мурексида, и медленно титруют раствором трилона Б при энергичном встряхивании до перехода окраски от красного цвета к лиловому. Для лучшего улавливания конца титрования следует проводить сравнение окраски с эталонной (слегка перетитрованной) пробой.

По результатам титрования, заполняют следующую таблицу:

	1 повт.	2 повт.	3 повт.
Объем трилона, пошедшего на титрование, мл			

Расчет и оценка жесткости воды

1. Общую жесткость воды и содержание ионов кальция (в мг-экв/л) рассчитывают по формуле:

$$X = \frac{A \cdot n \cdot K \cdot 1000}{V}$$

где: А – количество раствора трилона Б, израсходованного на титрование, мл;
 n – нормальность раствора трилона Б;
 К – поправочный коэффициент к раствору трилона Б.

Разность между общей жесткостью и количеством ионов кальция, дает содержание ионов магния:

$$X = A - B$$

где: А – общая жесткость;
 В – количество ионов кальция.

> 4 мг-экв/л	мягкая
4 – 8 мг-экв/л	средней жесткости
8 – 12 мг-экв/л	жесткая
< 12 мг-экв/л	очень жесткая

ЗАНЯТИЕ 6 ОКИСЛЯЕМОСТЬ ВОДЫ (ПЕРМАНГАНАТНАЯ)

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Внутриводоемный круговорот пероксида водорода и редокс-состояние водной среды. Роль донных отложений в формировании качества водной среды».
2. Освоение методики определения перманганатной окисляемости воды.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Понятие о окисляемости, методы определения.
2. Типы водопользования.
3. Требования к воде пригодной для орошения и полива, с-х животных, хозяйственно-бытовых нужд.
4. Промышленное водопользование.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Освоить методику определения перманганатной окисляемости воды.

Посуда и оборудование:

Колбы конические ($V=250$ мл), колбы мерные ($V=100$ мл, 1л), бюретки, пипетки (на 5 и 10 мл), груши резиновые, кипятильные камушки, электроплитки.

Реактивы:

1. 0,01н раствор щавелевой кислоты: 0,6302 г щавелевой кислоты, перекристаллизованной и высушенной на воздухе, растворяют в литровой колбе в 500 мл дистиллированной воды, вносят для консервации 30 мл разбавленной серной кислоты и доливают до метки. 1мл реактива соответствует 0,08 мг кислорода.

2. 0,01н раствор марганцевокислого калия: 0,32 г $KMnO_4$ поместить в мерную колбу ($V=1$ л) и долить дистиллированной водой до метки. Раствор также можно приготовить из фиксаля.

3. Раствор серной кислоты: 1 объем концентрированной серной кислоты, разбавить 3 объемами дистиллированной воды. Для окисления, восстановителей, могущих быть в кислоте, прибавляют к ней по каплям раствор марганцевокислого калия до устойчивой розовой окраски.

Ход работы:

В коническую колбу ($V=250$ мл) наливают 100 мл исследуемой воды, 5 мл разбавленной серной кислоты, 10 мл 0,01н раствора марганцевокислого калия, помещают кипятильные камешки и нагревают до начала кипения. Затем, уменьшив нагрев, поддерживают кипение точно 10 мин. По окончании кипячения приливают точно 10 мл 0,01н щавелевой кислоты и к обесцвечившемуся раствору прибавляют по каплям из бюретки марганцевокислый калий до устойчивого слабо-розового оттенка.

По окончании кипячения жидкость должна оставаться окрашенной в розово-фиолетовый цвет, указывающий на наличие избытка марганцевокислого калия, причем количество непрореагировавшего $KMnO_4$ не должно быть менее 3 мл 0,01н раствора. В противном случае определение повторяется, но уже в разбавленной пробе воды.

Расчет и оценка перманганатной окисляемости

Расчет содержания кислорода (мг $O_2/1$ л) в пробе проводят по формуле:

$$X = 10[(A_1 + A_2) \cdot K - 10] \cdot 0,08$$

где: A_1 – число мл раствора $KMnO_4$;

A_2 – число мл раствора $KMnO_4$ пошедшее на обратное титрование;

K – поправочный коэффициент 0,01н раствора $KMnO_4$.

В случае, разбавления загрязненной воды с высокой окисляемостью дистиллированной водой, в отдельной пробе определяют ее окисляемость. Расчет в этом случае ведут по следующей формуле:

$$X = (X_1 \cdot n) - [X_2(n - 1)]$$

где: X – искомая окисляемость воды (мг O_2 /л);
 X_1 – найденная окисляемость разбавленной испытуемой воды (мг O_2 /л);
 X_2 – найденная окисляемость дистиллированной воды (мг O_2 /л);
 n – величина разбавления (во сколько раз разбавили).

Величина окисляемости для неочищенных сточных вод равна 50 – 80 мг O_2 /л, очищенных вод 20 – 30 мг O_2 /л.

ЗАНЯТИЕ 7 ОПРЕДЕЛЕНИЕ ХИМИЧЕСКОГО ПОГЛОЩЕНИЯ КИСЛОРОДА (ХПК)

Вопросы для самоконтроля

1. Понятие о ХПК, методы определения.
2. Выпадение минеральных и органических осадков из поверхностных вод.
3. Вещества-загрязнители природных вод.
4. Источники тяжелых металлов в природных водах.
5. Загрязнение природных вод промышленными и бытовыми ядохимикатами.
6. Контроль содержания загрязнителей.

Посуда и оборудование:

Колбы конические со шлифами ($V=250$ мл), колбы мерные ($V=100$ мл, 250 мл, 1 л), бюретки, пипетки (на 5 и 10 мл), обратные холодильники, груши резиновые, кипяточные камушки, электроплитки. Вся посуда должна быть тщательно очищена от следов органических веществ.

Реактивы:

1. Бихромат калия, $0,25n$ основной раствор: $1,2258$ г $K_2Cr_2O_7$, высушенного в течение 2 часов при температуре $105^\circ C$, помещают в мерную колбу ($V=1$ л), растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки.
2. Бихромат калия, $0,025n$ раствор: 100 мл $0,25n$ раствора бихромата разбавляют дистиллированной водой до 1 л.
3. Серная кислота, концентрированная.
4. Сульфат серебра, кристаллический.
5. Соль Мора, $0,25n$ раствор: 98 г кристаллической соли Мора помещают в мерную колбу ($V=1$ л), растворяют в дистиллированной воде. Прибавляют 20 мл концентрированной серной кислоты, и после охлаждения доводят объем до метки. Перед определением ХПК, устанавливают титр раствора. Для этого

25 мл 0,25н раствора бихромата калия разбавляют водой до 250 мл, прибавляют 20 мл концентрированной серной кислоты и после охлаждения титруют приготовленным раствором соли Мора при добавлении 2 – 3 капель раствора фенилантраниловой кислоты.

6. Соль Мора, 0,025н раствор – приготавливают соответствующим разбавлением 0,25н раствора. Титр устанавливается также как и для 0,25н раствора.

7. Индикатор: 0,25 г N-фенилантраниловой кислоты растворяют в 12 мл 0,1н NaOH и разбавляют водой до 250 мл.

Ход работы:

При предполагаемой окисляемости исследуемой пробы ниже 50 мг O₂/л для окисления используют 0,025н раствор бихромата калия, в остальных случаях применяют 0,25н раствор. Сильнозагрязненные воды перед определением разбавляют перед определением так, чтобы расход бихромата калия составил не более 50% от объема пробы. Пробу в 20 мл или меньший ее объем, доведенный дистиллированной водой до объема 20мл, помещают в колбу со шлифом. Прибавляют 10 мл 0,25н или 0,025н раствора бихромата калия, 0,4 г сульфата серебра и кипяtilьные камушки. Смесь тщательно перемешивают, и осторожно приливают к ней 30 мл концентрированной серной кислоты. После присоединения обратного холодильника, равномерно кипятят 2 часа. Затем колбу охлаждают, отсоединяют холодильник и прибавляют в нее 100 мл дистиллированной воды, смесь вновь охлаждают. После этого, прибавляют 2 – 3 капли фенилантраниловой кислоты и оттитровывают избыток непрореагировавшего бихромата раствором соли Мора соответствующей концентрации, до перехода окраски из фиолетовой в зеленую. Таким же образом проводят холостой опыт с 20 мл дистиллированной воды.

Расчет и оценка ХПК

Расчет содержания кислорода (мг O₂/л) в пробе проводят по формуле:

$$X = \frac{(a - b) \cdot K \cdot n \cdot 8 \cdot 1000}{V}$$

где: а – расход титрованного раствора соли Мора на холостой опыт, мл.

в – расход титрованного раствора соли Мора на титрование пробы, мл.

н – нормальность соли Мора, применяемой для титрования.

К – поправка к титру соли Мора.

1000 – приведение объема к 1 литру.

V – объем сточной воды, взятой для анализа.

Величина ХПК городских сточных вод равна 100 – 500 (неочищенные), 30 – 90 (очищенные).

ЗАНЯТИЕ 8 ОПРЕДЕЛЕНИЕ БИОХИМИЧЕСКОЙ ПОТРЕБНОСТИ В КИСЛОРОДЕ (БПК)

Вопросы для самоконтроля

1. Понятие о БПК, методы определения.
2. Вещества-загрязнители природных вод.
3. Эвтрофикация водоемов, ее причины.
4. Средства борьбы с эвтрофикацией.
5. Биогены, их источники.
6. ПДК загрязнителей для питьевой воды и вод другого назначения.
7. Методы очистки сточных вод.
8. Стратегия борьбы с загрязнением вод.
9. Анализ и контроль качества воды в сельском хозяйстве.

Посуда и оборудование:

Колбы конические ($V=250$ мл), колбы мерные ($V=100$ мл, 1л), склянки калиброванные ($V=110 - 125$ мл, 6 шт.) бюретки, пипетки (на 5 и 10 мл), груши резиновые, кипятильные камушки, электроплитки, микрокомпрессор МК-1.

Реактивы:

1. Вода для разбавления: готовят из дистиллированной воды, насыщенной кислородом воздуха. Насыщение ведут с помощью микрокомпрессора. На 1 л этой воды прибавляют по 1 мл следующих реактивов:
 - а) фосфатный буферный раствор: в 500 мл дистиллированной воды растворяют 8,5 г KH_2PO_4 , 33 г $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$, 1,7 г NH_4Cl и доводят объем до 1 л;
 - б) раствор сульфата магния: 22,5 г $\text{MgSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 л воды;
 - в) раствор хлорида кальция: 22,5 г CaCl_2 растворяют в 1 л воды;
 - г) раствор хлорида железа (III): 0,25 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ растворяют в 1 л воды.После прибавления солей воду перемешивают, но не аэрируют.
2. Хлорид марганца, насыщенный раствор: 73,9 г $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ или 62,9 г MnSO_4 растворяют в 100 мл дистиллированной воды.
3. Йодистый калий, щелочной раствор: 700 г КОН, или 500 г NaOH растворяют в мерной колбе ($V = 1$ л) объеме дистиллированной воды не более 800 мл. Осадку карбоната дают собраться на дне колбы, и прозрачную жидкость сливают в другую колбу (испытывают на нитриты, в случае их присутствия прибавляют 1 г сплава Дебарда и кипятят 1 час).

Отдельно растворяют 150 г йодистого калия, не содержащего йодата калия. Растворы сливают и доводят дистиллированной водой до 1л.

Реактив при добавлении к нему крахмала не должен окрашиваться в синий цвет.

4. Серная кислота, концентрированная.

5. Тиосульфат натрия, 0,01н раствор: 1,24 г $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ помещают в мерную колбу ($V = 1$ л) и доливают дистиллированной водой до метки.

6. Крахмал, 0,5%-ный раствор: 0,5 г крахмала растворяют в 99,5 г дистиллированной воды.

7. Гидроксид натрия, 1н раствор: 40 г NaOH помещают в мерную колбу ($V = 1$ л) и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки.

8. Серная кислота, 1н раствор: 27 мл концентрированной серной кислоты разбавляют водой до 1 л. (Внимание! Серную кислоту льют в воду, а не наоборот).

9. Сульфит натрия, 0,02н раствор: 2,52 г $\text{Na}_2\text{SO}_3 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ помещают в мерную колбу ($V = 1$ л) и растворяют в дистиллированной воде, доводя объем до метки.

10. Бромтимоловый синий: 0,04 г индикатора растворяют в 100 мл спирта.

Ход работы:

1. Предварительная обработка.

Некоторые воды требуют предварительной обработки:

а) сточные воды, содержащие кислоты или щелочи, необходимо предварительно нейтрализовать до $\text{pH} = 7$ (1н H_2SO_4 или 1н NaOH соответственно, по бромтимоловому синему);

б) при определении БПК очищенной сточной воды, подвергшейся обработке хлором или хлорной известью, следует удалить избыток «активного хлора». Для этого достаточно дать воде постоять в течение 1 – 2 часов.

2. Предварительное разбавление воды.

Необходимое разбавление можно ориентировочно рассчитать по результату определения окисляемости хроматным методом (ХПК). Для этого величину окисляемости (ХПК), выраженную в мг $\text{O}_2/\text{л}$ делят на 4 или на 5 (величина, соответствующая примерно половине содержания кислорода в чистой разбавляющей воде). Полученный результат показывает, во сколько раз надо разбавить анализируемую воду.

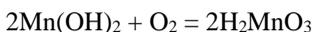
3. Ход определения.

Разбавленную воду разливают сифоном в 6 калиброванных склянок (емкостью 110 – 125 мл) доверху и закрывают притертыми пробками так, чтобы под пробками не оказалось пузырьков воздуха. То же делают с разбавляющей водой (контрольный опыт). Определяют содержание кислорода в первый день.

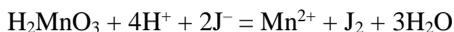
4. Определение содержания растворенного кислорода.

а). *Анализируемая вода не содержит окисляемых йодом веществ (сульфитов, тиосульфатов, полиитионатов, органических веществ реагирующих с йодом).*

Из склянки вынимают притертую пробку и удаляют 2 мл жидкости. Затем приливают в склянку пипеткой 1 мл насыщенного раствора соли марганца и 1 мл щелочного раствора йода. Закрывают пробкой и перемешивают. При добавлении к анализируемой воде соли марганца и щелочного раствора йода, образуется осадок гидроксида марганца, который, окисляясь, превращается в марганцовистую кислоту:



Содержимое склянки переносят в коническую колбу ($V = 500$ мл), прибавляют 1 мл концентрированной серной кислоты и перемешивают. Осадок растворяется, а жидкость окрашивается в бурый цвет:



Избыток йода оттитровывают раствором тиосульфата натрия, прибавляя в конце титрования 1 мл раствора крахмала.

Через 5 дней анализ проб повторяют снова.

По результатам анализа заполняют таблицу:

Номер склянки						
Объем склянки, мл						
Расход раствора $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$, мл						

б) *Анализируемая вода содержит окисляемые йодом вещества.*

В этом случае рекомендуется метод йодной пробы. Число склянок для определения должно быть удвоено, т. к. для каждого определения кислорода (в начале проведения опыта и после инкубации) требуются два раствора. Из обеих склянок удаляют 6 мл воды и вносят пипеткой по 4 мл 0,01н раствора йода в насыщенном растворе хлорида натрия, закрывают склянки пробками, взбалтывают содержимое и оставляют в темном месте на 5 мин. Растворы должны сохранять желтую окраску от избытка йода. Затем в них вносят по 1 мл щелочного раствора йодистого калия, а потом в одну склянку вносят 1 мл насыщенного раствора соли марганца, а в другую – 1 мл дистиллированной воды. Склянки закрывают пробками, тщательно перемешивают их содержимое, и продолжают определение как описано в пункте «а». Разность между объемами раствора тиосульфата натрия, израсходованными на титрование растворов в обеих склянках, отвечает содержанию в них кислорода.

Расчет и оценка биохимической потребности в кислороде

Расчет содержания кислорода (мг O_2 /л) в пробе проводят по формуле:

$$X = \frac{a \cdot K \cdot n \cdot 8 \cdot 1000}{V_1 - V_2}$$

где: X – растворенный кислород, мг O_2 /мл;

a – расход титрованного раствора тиосульфата натрия, мл;

K – поправка к титру раствора тиосульфата натрия;

n – нормальность раствора тиосульфата натрия;

1000 – приведение объема к 1 л;

V_1 – объем калиброванной склянки, мл;

V_2 – общий объем реактивов, прибавленных в калиброванную склянку, мл (для пункта «а» – 2 мл, для «б» – 6 мл)

Разность содержания кислорода в жидкости, определенной в первый день и после инкубации, показывает потребность кислорода.

По результатам вычислений, заполняют таблицу:

Контрольный опыт:	1повт	2повт	3повт
1. В первый день кислорода содержится, мг O_2 /мл			
2. В пятый день кислорода содержится, мг O_2 /мл			
3. Разница составляет, мг O_2 /мл			
Анализируемая вода:			
1. Во сколько раз разбавлена исходная вода			
2. Растворенный кислород в 1-й день, мг O_2 /мл			
3. Растворенный кислород в 5-й день, мг O_2 /мл			
4. Разница составляет, мг O_2 /мл			

Далее по формуле рассчитывают БПК:

$$\text{БПК} = B \cdot n - A(n - 1)$$

где: A – Разница между содержанием кислорода в контрольном опыте, мг O_2 /мл;

B – Разница между содержанием кислорода в анализируемой воде, мг O_2 /мл;

n – Во сколько раз разбавлена исходная вода;

Величина БПК для разных городских сточных вод колеблется от 120 – 400 мг O_2 /мл, для очищенных вод аэротенков и вторичных отстойников 7 – 25 мг O_2 /мл, для аэрофильтров и биофильтров 15 – 25 мг O_2 /мл.

ЗАНЯТИЕ 9 ОТБОР ПРОБ ПОЧВЫ

Отбор проб почвы

Отбор проб почвы проводят с помощью специальных инструментов (бур, совок, нож, цилиндр, лопата и т.д.) на площадках размером 100 см².

Для отбора почв на загрязнение промышленными ингредиентами желательно исключить из употребления лопаты, ножи, буры, изготовленные из высококачественной стали. Чем качественнее сталь, тем выше содержание в ней (до 20-30% и выше) так называемых легирующих металлов; хром, никель, марганец, молибден, кобальт, ванадий, медь, цинк и др. Лучше пользоваться инструментами из малолегированных сталей с кремнеуглеродистой закалкой.

Однако при очень сильной загрязненности почвы тяжелыми металлами, например, в окрестностях предприятий цветной металлургии, такая строгая предосторожность является излишней.

Пробы из нескольких точек тщательно смешивают, отбирают один образец, снабжают этикеткой (чтобы не проникала влага и не испортилась надпись, этикетку можно сделать из полиэтилена; этикетка может быть написана и карандашом; чтобы при длительном хранении надпись не стиралась, ее делают на внутренней стороне бумаги) и отправляют на анализ.

При наличии на исследуемой территории древостоев пробы почв берут по периметру проекции крон модельных деревьев для получения сопоставимых результатов в пределах фитогенного доля.

ЗАНЯТИЕ 10 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТОРАСТВОРИМЫХ ФОРМ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ПОЧВЕ

План занятия

1. Контроль знаний (допуск к лабораторно-практическому занятию) по теоретическим вопросам на тему: «Природные и антропогенные источники загрязнений. Химические загрязнители и здоровье человека.»
2. Освоение методики определения кислоторастворимых форм тяжелых металлов.

Задания для самостоятельной внеурочной работы студентов

1. Неодинаковый характер промышленного и сельскохозяйственного природопользования.
2. Экологическое неблагополучие Северного полушария.

3. Сопоставимость антропогенных потоков токсикантов с природными круговоротами веществ.
4. Миграция химических загрязнителей в различных природных средах.
5. Понятие о локальных и глобальных загрязнениях.
6. Способность экосистем и природных сред к самоочистке.
7. Антропогенные источники химических загрязнений.
8. Города и поселки – как причины загрязнения природных сред.
9. Источники поступления марганца в окружающую среду.
10. Значение марганца для человека, животных и растений.
11. Марганец, как загрязнитель природных сред.
12. Источники поступления цинка в природные среды.
13. Источники поступления никеля и хрома в природные среды.
14. Токсическое действие цинка, никеля и хрома. ПДК.
15. Методы анализа содержания цинка, никеля и хрома в природных средах и продуктах питания.
16. Сертификация продуктов питания по тяжелым металлам.
17. Ранжирование тяжелых металлов по токсичности.
18. Источники поступления кадмия в природные среды.
19. Действие кадмия на человека, животных, растения.
20. Опасность высокой подвижности кадмия в природных средах, его аккумуляция, ПДК.
21. Методы анализа и контроля содержания кадмия в природных средах и продуктах питания.
22. Источники поступления ртути в природные среды.
23. Действие ртути на человека, животных, растения.
24. Формы нахождения ртути в природных средах, ПДК.
25. Методы анализа и контроля содержания ртути в природных средах и продуктах питания.
26. Источники поступления цинка в природные среды.
27. Источники поступления никеля и хрома в природные среды.
28. Токсическое действие цинка, никеля и хрома. ПДК.
29. Методы анализа содержания цинка, никеля и хрома в природных средах и продуктах питания.
30. Источники поступления свинца в природные среды.
31. Инфильтрация свинца в почве в грунтовые воды, аккумуляция его растениями, ПДК.
32. Действие свинца на человека, животных, растения.
33. Методы анализа и контроля содержания свинца в природных средах и продуктах питания.
34. Источники поступления мышьяка в природные среды.
35. Превращения соединений мышьяка в почве.
36. Действие соединений мышьяка на человека, животных. ПДК.
37. Методы анализа и контроля содержания мышьяка в природных средах и продуктах питания.

38. Масштабы природных круговоротов микроэлементов и тяжелых металлов.

Задания для работы студентов в лаборатории

1. Освоить методику определения кислоторастворимых форм тяжелых металлов.

Реактивы:

1. ГСО тяжелых металлов; азотная кислота 5н, 0,1н.

Посуда и оборудование:

Мерные колбы ($V=50$ мл), пипет-дозаторы на 5-10 и 100-1000 мкл, мерный цилиндр, весы аналитические, микроволновая система разложения проб, атомно-абсорбционный спектрометр.

Ход анализа:

Поместить навеску (0,5 г) почвы в фторопластовый стакан, прилить 10 мл 5н азотной кислоты. Закрыть стакан крышкой, собрав сосуд для разложения пробы согласно инструкции по эксплуатации микроволновой системы разложения проб. Провести разложение пробы, следуя рекомендациям инструкции по эксплуатации микроволновой системы разложения проб.

Перенести пробу (максимально полно!) через фильтр «синяя лента» в мерную колбу объемом 50 мл, долить до метки дистиллированной водой, перемешать.

Настроить атомно-абсорбционный спектрометр следуя инструкции по эксплуатации прибора и провести измерение концентрации стандартных растворов, затем исследуемого раствора. (Прибор автоматически с помощью программного обеспечения построит калибровочный график и рассчитает концентрацию искомого элемента в заданных единицах).

Сравнить полученные результаты с ПДК, сделать выводы.

Учебное издание

ЧЕКИН Геннадий Владимирович

МАРТЫНОВА Елена Владимировна

ХИМИЯ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

Практикум

Для студентов, обучающихся по направлению подготовки
35.03.03 Агрохимия и агропочвоведение
Профиль Агрэкология

Редактор Павлютина И.П.

Подписано к печати 4.04. 2018 года. Формат 60x84 1 /16.
Бумага офсетная. Усл. п. л. 2,20. Тираж 100 экз. Изд.5686 .

Издательство Брянского государственного аграрного университета
243365 Брянская обл., Выгоничский район, с. Кокино, Брянский ГАУ