|  |  |
| --- | --- |
|  | МИНИСТЕРСТВО НАУКИ И ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ  ФЕДЕРАЛЬНОЕ ГОСУДАРСТВЕННОЕ БЮДЖЕТНОЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНОЕ УЧРЕЖДЕНИЕ ВЫСШЕГО ОБРАЗОВАНИЯ  «САМАРСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ ТЕХНИЧЕСКИЙ УНИВЕРСИТЕТ» |

Кафедра «Химическая технология и промышленная экология»

Т.В. БЫКОВА

В.В. ЕРМАКОВ

ХИМИКО-АНАЛИТИЧЕСКИЙ КОНТРОЛЬ КОМПОНЕНТОВ ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ

*Лабораторный практикум*

Самара

Самарский государственный технический университет

2025

Печатается по решению методической комиссии Колледжа СамГТУ (протокол № 4 от 17.04.2025 г.).

**Быкова Т.В.**

**Химико-аналитический контроль компонентов окружающей среды**: лабораторный практикум/*Быкова Т.В., В.В. Ермаков* – Самара: Самар. гос. техн. ун-т, 2025. – 36 с.

Лабораторный практикум разработан для реализации профессионального модуля ПМ.04 «Выполнение работ по профессии рабочего 13321 Лаборант химического анализа» в рамках освоения основной профессиональной образовательной программы по специальности 20.02.01 «Экологическая безопасность природных комплексов».

Практикум включает комплекс лабораторных работ, направленных на формирование профессиональных компетенций в области химико-аналитического контроля природных и техногенно трансформированных объектов. Материалы пособия предназначены для организации лабораторных занятий, учебной практики и самостоятельной подготовки студентов.

**СОДЕРЖАНИЕ**

[ВВЕДЕНИЕ 4](#_Toc202186458)

[Лабораторная работа №1 5](#_Toc202186459)

[Лабораторная работа №2 10](#_Toc202186460)

[Лабораторная работа №3 14](#_Toc202186461)

[Лабораторная работа №4 19](#_Toc202186462)

[Лабораторная работа №5 25](#_Toc202186463)

[Лабораторная работа №6 29](#_Toc202186464)

[Лабораторная работа №7 32](#_Toc202186465)

[СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ 35](#_Toc202186466)

# **ВВЕДЕНИЕ**

Лабораторные работы являются неотъемлемой частью профессиональной подготовки специалистов в области экологической безопасности, обеспечивая формирование устойчивых практических навыков и закрепление теоретических знаний. Настоящее учебное пособие предназначено для студентов, обучающихся по специальности 20.02.01 «Экологическая безопасность природных комплексов», и разработано в рамках профессионального модуля ПМ.04 «Выполнение работ по профессии рабочего 13321 Лаборант химического анализа».

Цель лабораторного практикума - формирование у обучающихся компетенций, необходимых для самостоятельного выполнения типовых аналитических процедур, соответствующих современным требованиям к профессии «Лаборант химического анализа». Особое внимание уделяется освоению методик количественного и качественного анализа проб воды, почвы и других объектов окружающей среды.

Каждая лабораторная работа сопровождается кратким теоретическим введением, перечнем необходимых реактивов и оборудования, пошаговой инструкцией по выполнению анализа, а также рекомендациями по оформлению результатов. В обязательном порядке отражены требования техники безопасности и санитарно-гигиенических норм, предъявляемых к организации лабораторной деятельности.

Пособие может быть использовано при проведении лабораторных занятий, учебной и производственной практики, а также в процессе самостоятельной подготовки студентов к выполнению профессиональных задач.

# **Лабораторная работа №1**

**Гравиметрическое определение содержания сульфат-ионов в воде**

Гравиметрический метод анализа - один из методов количественного химического анализа, основанный на осаждении определяемого компонента в виде малорастворимого соединения с последующим отделением, прокаливанием и взвешиванием осадка. Для обеспечения корректности результатов необходимо, чтобы осаждаемое вещество обладало строго определённым составом, а условия осаждения исключали возможность образования посторонних соединений.

Определение содержания сульфат-ионов (SO₄²⁻) осуществляется путём их осаждения в виде сульфата бария (BaSO₄) при взаимодействии с ионами бария:

Ba2++SO42-→BaSO4​↓ (1)

Осаждение проводится в слабокислой среде, что предотвращает образование других труднорастворимых солей бария, в частности карбоната и фосфата, которые могут исказить результаты анализа. Сульфат бария характеризуется крайне низкой растворимостью (производное растворимости Ksp=1,1⋅10-10 при 25 °C), что обеспечивает практически полное осаждение сульфат-ионов при строгом соблюдении условий проведения реакции.

Для осаждения используется раствор хлорида бария (BaCl₂), который добавляют в исследуемую пробу при её предварительном подкислении раствором соляной кислоты (HCl). Осаждение проводиться при нагревании, что способствует формированию более крупных кристаллов BaSO₄, облегчающих последующую фильтрацию. Добавление осадителя осуществляется медленно, по каплям, при постоянном перемешивании, во избежание пересыщения раствора и образования коллоидных частиц. По завершении осаждения раствор выдерживают в тепле, обеспечивая созревание осадка - процесс укрупнения частиц за счёт рекристаллизации.

После фильтрации и тщательного промывания от хлоридов осадок сульфата бария подвергается сушке, а затем прокаливанию в муфельной печи. Прокаливание проводят в два этапа: сначала при температуре около 200°C для удаления влаги и обугливания фильтра, затем при температуре 600-700 °C до получения постоянной массы. Следует строго избегать превышения температуры 800°C, при которой возможно частично разложение BaSO₄.

Во время прокаливания при оптимальной температуре сульфат бария может временно восстанавливаться углеродом из фильтровальной бумаги до сульфида бария (BaS). Однако в условиях окислительной атмосферы последний вновь превращается в исходный сульфат, благодаря чему состав осадка в конечном итоге остаётся неизменным:

BaSO4​+2C→BaS+2CO2​↑ (2)

BaS+2O2→BaSO4 (3)

После охлаждения осадка в эксикаторе и взвешивания рассчитывают массовую концентрацию сульфат-ионов в исследуемой пробе воды, используя соответствующий гравиметрический множитель (отношение молярной массы определяемого компонента к молярной массе осадка).

(4)

Гравиметрическое определение сульфат-ионов применяется при анализе питьевой, природной и сточной воды, особенно в тех случаях, когда необходима высокая точность измерений без использования сложного оборудования.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Раствор соляной кислоты, 1:1*
2. *Раствор хлорида бария с массовой долей 10 %*
3. *Раствор нитрата серебра (реактив для контроля на ионы хлорида)*
4. *Метиловый оранж (индикатор)*
5. *Колба плоскодонная, вместимость 500 см³*
6. *Стакан химический, вместимость 200 см³*
7. *Мерные пипетки на 0,2 см³, 1 см³, 2 см³ и 5 см³*
8. *Пипетки Мора на 50 см³ и 100 см³*
9. *Цилиндр мерный, вместимость 250 см³*
10. *Пробирка лабораторная*
11. *Воронка лабораторная (для фильтрования)*
12. *Тигли фарфоровые (для прокаливания осадка)*
13. *Фильтровальная бумага плотная беззольная (тип «синяя лента»)*
14. *Палочка стеклянная для перемешивания*
15. *Весы аналитические с ценой деления не более 0,1 мг*
16. *Электроплитка лабораторная*
17. *Сушильный шкаф*
18. *Муфельная печь*
19. *Эксикатор*

***Ход определения***

1. **Качественная реакция на сульфат-ион.**

Перед выполнением количественного анализа необходимо убедиться в наличии сульфат-ионов в исследуемой пробе воды. С этой целью проводят качественную реакцию, результаты которой также позволяют ориентировочно оценить концентрацию ионов и выбрать соответствующий объём пробы.

Для проведения пробы в пробирку помещают 5 см³ водной вытяжки, подкисляют её 5–7 каплями раствора соляной кислоты (1:1), после чего добавляют 0,5 см³ 10%-ного раствора хлорида бария. При наличии сульфат-ионов в растворе выпадает белый осадок сульфата бария. Если образуется слабая муть, это свидетельствует о содержании ионов в пределах 10–100 мг/дм³, тогда как появление плотной, быстро оседающей мути указывает на более высокую концентрацию - от 100 до 500 мг/дм³.

На основании результатов пробы выбирают объём пробы для анализа, используя данные таблицы 1.

Таблица 1

|  |  |
| --- | --- |
| Предполагаемое содержание сульфат-ионов, мг/дм3 | Объем пробы воды, см3 |
| От 20 до 100включ. | 250 |
| Св.100 до 250включ. | 100 |
| Св. 250 до 500включ. | 50 |

1. **Осаждение сульфат-ионов**

Аликвоту исследуемой воды соответствующего объёма переносят в химический стакан объёмом 200 см³. Раствор подкисляют раствором HCl до появления характерной розовой окраски в присутствии индикатора метилового оранжа, затем добавляют ещё 1 см³ HCl для исключения возможности осаждения других солей бария. Избытка кислоты следует избегать, так как это может привести к увеличению растворимости BaSO₄ и снижению точности анализа.

Раствор доводят до кипения и в горячий раствор при постоянном перемешивании стеклянной палочкой осторожно по каплям добавляют 3 см³ горячего 10%-ного раствора хлорида бария. При осаждении важно избегать соприкосновения палочки со стенками и дном стакана, чтобы предотвратить прилипания осадка.

После добавления всего объема осадителя раствор кипятят ещё 2–3 минуты, затем накрывают часовым стеклом и оставляют в тёплом месте на 1 час для завершения процесса созревания осадка.

1. **Проверка полноты осаждения**

Перед фильтрованием необходимо убедиться в завершённости осаждения. Для этого к надосадочной жидкости аккуратно приливают 2–3 капли раствора хлорида бария. Отсутствие помутнения свидетельствует о полном осаждении. При появлении мути или осадка к раствору добавляют ещё 0,2 см³ BaCl₂, перемешивают, выдерживают и повторяют проверку.

1. **Фильтрование и промывка осадка**

После подтверждения полноты осаждения проводят фильтрование через плотный беззольный фильтр «синяя лента». Перед использованием фильтр смачивают 2–3 порциями кипящей дистиллированной воды, что позволяет набухнуть волокнам бумаги и уменьшить диаметр пор, повышая эффективность задерживания осадка.

Надосадочную жидкость сливают по стеклянной палочке через фильтр методом декантации, стараясь не взмучивать осадок. При этом объём жидкости в воронке не должен превышать половины её объёма. Конец стеклянной палочки при сливании располагают у боковой стенки фильтра, не касаясь его.

Далее переходят к промыванию осадка. В стакан добавляют 20 см³ горячей дистиллированной воды, слегка подкисленной HCl, осадок перемешивают стеклянной палочкой, дают ему осесть и вновь сливают надосадочную жидкость через фильтр. Операцию повторяют 2–3 раза. После последней порции промывной жидкости осадок переносят на фильтр. Частицы, прилипшие к стенкам стакана, собирают кусочком фильтровальной бумаги с помощью стеклянной палочки. Палочку затем тщательно обтирают другим кусочком фильтра, оба кусочка помещают в воронку.

Завершающее промывание проводят горячей дистиллированной водой, подкисленной HCl, небольшими порциями, до полного удаления хлорид-ионов. Контроль проводят следующим образом: несколько капель фильтрата помещают на часовое стекло и прибавляют раствор нитрата серебра. При отсутствии помутнения промывание считается завершённым.

1. **Высушивание и прокаливание осадка**

Фильтр с осадком подсушивают в сушильном шкафу при температуре 100 °C в течение 10-15 минут. Пересушивания следует избегать, так как это приводит к хрупкости фильтровальной бумаги и затрудняет её дальнейшее извлечение.

Подсушенный фильтр с осадком извлекают из воронки за верхний край, свертывают пакетиком и помещают в заранее доведенный до постоянной массы и взвешенный тигель конусом вниз. Затем тигель помещают в муфельную печь при температуре 200оС для обугливания (фильтр должен обугливаться, но не гореть). После завершения обугливания температуру в муфельной печи повышают до 600-700 °C и проводят прокаливание в течение 30 минут. При превышении заданного температурного интервала возможно разложение BaSO₄, поэтому температурный режим должен строго контролироваться.

По завершении прокаливания тигель переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры. После охлаждения тигель взвешивают на аналитических весах. Прокаливание, охлаждение и взвешивание повторяют до достижения постоянной массы. Разность между последовательными взвешиваниями не должна превышать 1 мг.

***Обработка результатов***

Массовую концентрацию сульфат-ионов X (мг/дм3) рассчитывают по формуле:

, (5)

где а – масса тигля с осадком, мг;

b – масса пустого тигля, мг;

V - объем пробы, взятой на анализ, см3;

F – гравиметрический множитель (фактор).

Результаты анализа оформляются в виде таблице 2.

Таблица 2

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца | Объём пробы, см³ | Масса пустого тигля, г | Масса тигля с осадком, 1-е прокаливание, г | Масса тигля с осадком, 2-е прокаливание, г | Масса осадка BaSO₄, г | Массовая концентрация SO₄²⁻, мг/дм³ |
| 1. |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |

***Контрольные вопросы:***

1. Почему осаждение BaSO₄ проводят в кислой среде?
2. Как проверить полноту осаждения сульфатов?
3. Почему важно промывать осадок до отсутствия ионов Cl⁻?
4. Как влияет температура прокаливания на массу осадка?
5. Назовите возможные источники погрешностей данного метода и способы их минимизации.

# **Лабораторная работа №2**

**Определение содержания карбоната кальция в почвенных образцах методом обратного титрования**

Карбонаты в почве, преимущественно карбонат кальция (CaCO₃), оказывают значительное влияние на кислотно-щелочной режим и химический состав почв. Они участвуют в формировании буферных свойств, способствуют нейтрализации поступающих кислот и влияют на доступность элементов питания.

При взаимодействии с кислотами карбонаты разлагаются с образованием растворимой соли, воды и углекислого газа:

CaCO3​+2HCl→CaCl2​+CO2​↑+H2​O (6)

Содержание CaCO₃ может служить индикатором щелочности и потенциальной засолённости почвы. Избыточное количество карбонатов (особенно в сочетании с солями натрия) может ухудшать агрономические свойства почвы: снижать проницаемость, ухудшать структуру и доступность элементов питания. С другой стороны, недостаток карбонатов в кислых почвах может сопровождаться повышенной подвижностью тяжелых металлов (например, Al³⁺ и Mn²⁺), что также негативно отражается на росте растений.

Методика обратного титрования позволяет определить содержание карбонатных соединений в почве на основании их способности нейтрализовать кислоту. Сначала к навеске почвы добавляют известный избыток раствора соляной кислоты, достаточный для полного взаимодействия с карбонатами. После завершения реакции не вступившая в реакцию часть кислоты определяется титрованием раствором гидроксида натрия. Разность между добавленной и прореагировавшей кислотой используется для расчёта содержания карбоната кальция в образце.

Метод отличается простотой, воспроизводимостью и широко применяется для быстрой оценки щелочного запаса карбонатных почв в агрохимическом мониторинге, при мелиорации и в экологических исследованиях.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Раствор соляной кислот, 0,1 М*
2. *Раствор гидроксида натрия, 0,1 М*
3. *Фенолфталеин (индикатор)*
4. *Лакмусовая бумага (или универсальный индикатор)*
5. *Колбы конические вместимостью 250 см³*
6. *Пипетки Мора на 25 см³ и 50 см³*
7. *Бюретка на 25 см³*
8. *Воронка с фильтром (складчатая фильтровальная бумага)*
9. *Весы аналитические с точностью до 0,1 мг*
10. *Шейкер или магнитная мешалка*
11. *Стаканчики химические*
12. *Стеклянная палочка*
13. *Сито с диаметром отверстий 1 мм*

***Ход определения***

1. **Подготовка почвы к анализу**

Почву доводят до воздушно-сухого состояния и просеивают через сито с отверстиями 1 мм.

1. **Приготовление вытяжки**

На аналитических весах взвешивают навеску массой 10,0000 г, переносят ее в коническую колбу вместимостью 250 см³, добавляют 50 см³ 0,1 М раствора соляной кислоты, плотно закрывают пробкой и перемешивают на шейкере в течение 30 минут.

После перемешивания определяют реакцию вытяжки с помощью лакмусовой бумаги. Если раствор имеет кислую реакцию (pH<7), его фильтруют через складчатый фильтр.Если фильтрат нейтрален или слабощелочной, к суспензии добавляют ещё 50 см³ 0,1 М HCl, повторно перемешивают на шейкере в течение 15 минут и фильтруют.

1. **Определение содержания карбоната кальция**

Из полученной вытяжки отбирают пипеткой 25 см³ в чистую колбу, добавляют 2–3 капли фенолфталеина и титруют 0,1 М раствором гидроксида натрия до появления слабой розовой окраски, сохраняющейся не менее 30 секунд. Для каждой пробы проводят не менее двух параллельных титрований.

1. **Контрольное (холостое) титрование**

Для оценки точности и корректного учёта избыточной кислоты выполняют титрование холостой пробы: берут тот же объём 0,1 М HCl, который использовался для взаимодействия с почвой, прибавляют 2–3 капли фенолфталеина и титруют раствором NaOHдо аналогичного индикаторного перехода при титровании пробы.

1. **Определение влажности почвенной пробы**

Для пересчёта содержания карбоната кальция на абсолютно сухую почву необходимо определить влажность навески. С этой целью параллельно с основным анализом проводится высушивание отдельной навески исследуемой почвы.

На аналитических весах взвешивают навеску массой 5,0000 г, помещают её в предварительно прокалённый и взвешенный фарфоровый тигль. Навеску сушат в сушильном шкафу при температуре 105 °C в течение 60 минут до постоянной массы. После охлаждения в эксикаторе тигль взвешивают повторно.

***Обработка результатов***

Содержание СаСО3вычисляют по формуле:

, (7)

где a - объем вытяжки, взятый для титрования, см3;

- нормальность раствора НС1, М;

b - объем раствора NaOH, пошедший на титрование вытяжки, см3;

- нормальность раствора NaOH, М;

- общий объем кислоты, добавленный к почве, см3;

- навеска почвы, г;

- коэффициент пересчета на абсолютно сухую почву;

0,022 – количество эквивалентных моль CO₂, соответствующее 1 см³ 1-нормального раствора;

2,274 – коэффициент пересчета СО2 на СаСО3.

Влажность почвы (W) рассчитывают по формуле:

, (8)

где - масса навески до высушивания, г;

- масса сухой навески (после высушивания), г.

Для расчёта содержания CaCO₃ на абсолютно сухое вещество используется коэффициент пересчёта:

, (9)

где – влажность почвы, %.

Результаты анализа оформляются в виде таблице 3 и 4.

Таблица 3

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | Масса бюкса, г | Масса бюкса с сырой почвой, г | Масса бюкса с высушенной почвой, г | Масса сырой навески, г | Масса сухой навески, г | W, % | K |
| 1. |  |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |  |

Таблица 4

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца | Навеска почвы, г | Общий объем раствора НCl, см3 | Объем вытяжки, взятый на титрование, см3 | Объем раствора NaOH, пошедший на титрование вытяжки, см3 | Содержание СаСО3, % |
| 1. |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |

***Контрольные вопросы:***

1. Почему при определении содержания CaCO₃ в почве используют метод обратного титрования, а не прямого?
2. Что происходит при взаимодействии карбонатов с соляной кислотой и по какому признаку можно судить о завершении реакции?
3. Зачем проводят холостое титрование, и как оно влияет на точность результата?
4. Какую функцию выполняет фенолфталеин в этом методе анализа?
5. Почему важно учитывать пересчёт на абсолютно сухое вещество при расчёте содержания CaCO₃ в почве?

# **Лабораторная работа №3**

**Оценка биохимического потребления кислорода (БПК) в пробах сточных вод**

Растворённый кислород необходим для протекания аэробных процессов в водной среде, в том числе для микробиологического окисления органических соединений. Этот процесс играет важную роль в естественном самоочищении водоёмов и осуществляется с участием аэробных микроорганизмов, использующих кислород в качестве конечного окислителя при разложении органических веществ как природного, так и антропогенного происхождения.

Согласно ГОСТ 27065, биохимическое потребление кислорода (БПК) определяется как масса кислорода, израсходованная при биохимическом окислении органических веществ в воде за установленный промежуток времени при строго заданных условиях.

На практике наибольшее распространение получило определение биохимического потребления кислорода за 5 суток, обозначаемое как БПК₅. Этот показатель отражает количество кислорода, потреблённого преимущественно в процессе окисления биодоступныхорганических соединений и служит универсальным критерием для оценки степени органического загрязнения воды.

Стандартная методика определения БПК₅ заключается в инкубации пробы воды в течение пяти суток в герметично закрытых кислородных склянках при температуре (20 ± 1) °C. Перед инкубацией пробу насыщают кислородом до равновесного значения, соответствующего его растворимости в воде при данной температуре (около 9,1 мг/дм³). В процессе инкубации растворённый кислород расходуется на метаболические процессы аэробных микроорганизмов. Значение БПК₅ рассчитывается как разность между начальной и конечнойконцентрацией (до и после инкубации) растворённого кислорода в пробе.

Для обеспечения биохимической активности микрофлоры в исследуемую воду добавляют питательную среду, содержащую фосфатный буфер и ионы кальция, магния и железа. Эти компоненты способствуют стабилизации pH и создают благоприятные условия для функционирования микробного сообщества.

Одновременно с основной пробой готовят контрольную (холостую) пробу, представляющую собой дистиллированную воду с добавлением тех же питательных компонентов. Она позволяет оценить возможное фоновое потребление кислорода, не связанное с окислением органических веществ, и используется для корректировки результатов.

Величина БПК₅ зависит от ряда факторов: состава органических загрязнений, активности микрофлоры, температуры, pH среды и содержания растворённого кислорода. Согласно действующим санитарно-гигиеническим нормативам, предельно допустимое значение БПК₅ для водоёмов рыбохозяйственного назначения составляет 2 мг/дм³. Превышение этого уровня указывает на наличие избыточных биодеградируемых загрязнений и может свидетельствовать о недостаточной эффективности очистки сточных вод.

Таким образом, определение БПК₅ позволяет количественно оценить степень органического загрязнения и применяется при санитарно-экологическом обследовании водных объектов, а также при анализе работы систем очистки сточных вод.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Дистиллированная вода, насыщенная кислородом при температуре (20 ± 1) °C*
2. *Фосфатный буферный раствор с pH = 7,2*
3. *Раствор сульфата магнияс массовой долей 1,1 %*
4. *Раствор хлорида кальцияс массовой долей 2,7 %*
5. *Раствор хлорида железа(III) с массовой долей 0,015 %*
6. *Раствор хлорида марганца(II)*
7. *Щелочной раствор йодида калия, содержащий 10 % KI в 10 % раствореNaOH*
8. *Раствор соляной кислоты,2:1*
9. *Раствор тиосульфата натрия, 0,02 н.*
10. *Раствор крахмалас массовой долей 0,5 % (индикатор)*
11. *Мерные колбы вместимостью 1 дм³*
12. *Кислородные склянки с притёртыми стеклянными пробками*
13. *Пипетки с одной отметкой на 2 см³, 10 см³ и 50 см³*
14. *Бюретка на 10 см³*
15. *Конические колбы для титрования на 250 см³*
16. *Стеклянные палочки*
17. *Микрокомпрессор или аквариумный насос*
18. *Термостат с точностью поддержания температуры ±1 °С*
19. *Таймер или секундомер*
20. *Лабораторный штатив с зажимами (для бюретки)*

***Ход определения***

1. **Подготовка холостой пробы**

Целью приготовления холостой (контрольной) пробы является учёт возможного потребления кислорода в результате взаимодействия компонентов питательной среды и реактивов, а также исключение влияния фоновых факторов на результат. Для этого в мерную колбу объёмом 1 дм³ помещают дистиллированную воду, насыщенную кислородом при температуре (20 ± 1) °С. Насыщение достигается либо интенсивным перемешиванием воды в течение 10 минут, либо пропусканием через неё воздуха с помощью компрессора.

К насыщенной кислородом воде последовательно прибавляют по 1 см³ следующих растворов: фосфатного буфера, сульфата магния, хлорида кальция и хлорида железа. Полученную питательную среду тщательно перемешивают и разливают в две сухие кислородные склянки, заполняя их до полного объёма, не допуская образования пузырьков воздуха. Одна склянка используется для немедленного определения концентрации растворённого кислорода, вторая инкубируется при температуре (20 ± 1) °С в течение 5 суток.

1. **Подготовка пробы сточной воды**

Сточную воду используют без предварительного разбавления. Перед анализом пробу насыщают кислородом, используя те же методы, что и при подготовке холостой пробы: либо энергичное встряхивание в течение не менее 10 минут, либо пропускание воздуха через жидкость с помощью компрессора. После насыщения пробу выдерживают 3-5 минут в покое для удаления избытка растворённого воздуха (до исчезновения мелких пузырьков).

1. **Заполнение склянок и инкубация**

Подготовленную сточную воду аккуратно разливают в три сухие кислородные склянки, полностью заполняя их таким образом, чтобы внутри не оставалось пузырьков воздуха. Ту же воду наливают в колпачки от склянок. Склянки переворачивают вверх дном и вставляют в наполненные колпачки так, чтобы вода полностью вытеснила воздух. После этого склянки возвращают в вертикальное положение, не допуская попадания воздуха внутрь. В такой же последовательности подготавливают и холостую пробу, используя насыщенную кислородом дистиллированную воду с добавленными компонентами питательной среды.

Одна из склянок каждой серии (сточной и холостой) используется для немедленного определения концентрации растворённого кислорода. Остальные склянки помещают в термостат и выдерживают при температуре (20 ± 1) °С в течение пяти суток для инкубации.

**4.Определение растворенного кислорода**

Для фиксации кислорода в склянку (до или после инкубации) вводят 2 см³ раствора хлорида марганца и 2 см³ щелочного раствора йодида калия. Пипетки погружают до середины склянки, реактивы вводят аккуратно, избегая образования пузырьков. Склянку сразу плотно закрывают стеклянной пробкой и перемешивают 15–20-кратным переворачиванием, пока осадок равномерно не распределится. Затем склянку оставляют в тёмном месте на 10 минут для отстаивания.

Далее в пробу добавляют 10 см³ раствора соляной кислоты, направляя струю пипетки ко дну склянки, избегая взмучивания осадка. Склянку снова закрывают и перемешивают до полного растворения бурого осадка, содержащего высвобожденный йод.

Из склянки пипеткой с одной отметкой отбирают 50 см³ раствора, предварительно ополоснув пипетку этой же жидкостью. Отобранный объём переносят в коническую колбу и титруют 0,02 н. раствором тиосульфата натрия из бюретки до появления светло-жёлтой окраски. Затем в колбу добавляют 1 см³ раствор крахмала, после чего продолжают титрование до полного исчезновения синей окраски. Объём израсходованного тиосульфата фиксируют и используют для расчёта массовой концентрации растворённого кислорода.

***Обработка результатов***

Массовую концентрацию растворённого в воде кислорода X, мг/дм3, находят по формуле:

, (10)

где - молярная масса КВЭ кислорода, равная 8 мг/ммоль;

- концентрация раствора тиосульфата натрия, моль/дм3 КВЭ;

- объём раствора тиосульфата натрия, пошедший на титрование, см3;

*V* - вместимость кислородной склянки, см3;

- суммарный объем растворов хлорида марганца и йодида калия, добавленных в склянку при фиксации растворенного кислорода, см3.

Биохимическое потребление кислорода БПК5, мг/дм3, находят по формуле:

, (11)

где - массовая концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды (или разбавляющей воды) до инкубации, мг/дм3;

-массовая концентрация растворенного кислорода в пробе анализируемой воды (или разбавляющей воды) после 5 сут инкубации, мг/дм3;

, - аналогичные значения для холостой (контрольной) пробы.

Результаты анализа оформляются в виде таблицах 5 и 6.

Таблица 5

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца | Тип пробы (основная/  холостая) | Объём склянки, V, см³ | Объём добавленных растворов MnCl₂ и KI, V1​, см³ | Концентрация раствора тиосульфата натрия, Cm, моль/дм³ | Объём тиосульфата натрия, Vm​, см³ | Массовая концентрация растворённого кислорода, X, мг/дм³ |
| 1. |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |

Таблица 6

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № образца | Концентрация кислорода до инкубации, Xн, мг/дм³ | Концентрация кислорода после инкубации, Xк, мг/дм³ | Концентрация кислорода до инкубации в холостой пробе, Xн хол, мг/дм³ | Концентрация кислорода после инкубации в холостой пробе, Xк хол, мг/дм³ |
| 1. |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |

***Контрольные вопросы:***

1. В чём заключается принцип метода определения БПК₅?
2. Зачем пробу насыщают кислородом перед инкубацией?
3. Для чего в методике предусмотрено приготовление холостой (контрольной) пробы?
4. Какие вещества входят в состав питательной среды и зачем они добавляются?
5. Почему при инкубации проб необходимо строго соблюдать температурный режим и исключать доступ света и воздуха?

# **Лабораторная работа №4**

**Определение содержания нитритов в почве методом фотометрического анализа**

Нитрит-ион (NO₂⁻) представляет собой промежуточное соединение в процессе микробиологического превращения азотсодержащих веществ в почве. Он может образовываться в результате окисления аммония (нитрификация) или восстановления нитратов (денитрификация), а также в ходе разложения органических остатков.

При нормальных условиях - хорошей аэрации, нейтральной реакции среды и стабильной микробной активности - нитриты быстро превращаются в нитраты и не накапливаются в значительных количествах. Однако при нарушении этих условий (например, при переувлажнении, уплотнении почвы, избытке удобрений или кислой реакции среды) возможна их задержка в почвенном покрове.

Повышенное содержание нитритов может указывать на неблагоприятные изменения в почвенных биохимических процессах: замедление окислительных реакций, активное разложение органических соединений или нарушение баланса азотного цикла. Нитриты обладают токсичностью по отношению к растениям и почвенной микрофлоре, а при вымывании с инфильтрационными водами могут попадать в водоёмы, способствуя их эвтрофикации и ухудшению экологического состояния.

Для определения содержания нитрит-ионов в почве применяется фотометрический метод с использованием реактива Грисса. В присутствии нитритов в кислой среде происходит образование окрашенного азосоединения, интенсивность которого прямо пропорциональна концентрации нитрит-ионов в растворе.

Цветовая интенсивность измеряется с помощью фотоэлектроколориметра или спектрофотометра при длине волны 520 нм. Полученные значения сравниваются с градуировочным графиком, построенным по стандартным растворам с известным содержанием нитритов, что позволяет определить их концентрацию в почвенной вытяжке.

Метод отличается высокой чувствительностью и достаточной точностью, что делает его надёжным инструментом количественного анализа нитритов в почве. Он широко применяется в агрохимических исследованиях, мониторинге окружающей среды и при санитарной оценке состояния почв.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Раствор нитрит-ионов с массовой концентрацией 0,001 мг/см³*
2. *Реактив Грисса*
3. *Раствор гидроксида натрия с массовой долей 1%*
4. *Раствор соляной кислоты с массовой долей 1%*
5. *Универсальная индикаторная бумага*
6. *Мерные колбы вместимостью 50 см³*
7. *Конические колбы вместимостью 250 см³*
8. *Бумажные фильтры (тип «синяя лента»)*
9. *Фотоэлектроколориметр или спектрофотометр (λ = 520 нм)*
10. *Кюветы с толщиной поглощающего слоя 20 мм*
11. *Лабораторные весы*
12. *Сито с диаметром отверстий 1 мм*
13. *Шейкер*

***Ход определения***

1. **Приготовление градуировочныхрастворов**

Сначала необходимо подготовить градуировочные растворы с известной концентрацией нитрит-ионов, чтобы с их помощью построить градуировочный график, связывающий оптическую плотность растворов с содержанием нитритов. Этот график впоследствии используется для количественного определения нитрит-ионов в анализируемых пробах.

Для приготовления используют стандартный раствор нитрит-ионов с концентрацией 0,001 мг/см³. В мерные колбы вместимостью 50 см³ с помощью пипетки вносят соответствующие объёмы стандартного раствора согласно таблице 7.

Таблица 7

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| № раствора | Массовая концентрация нитрит-ионов в градуировочных растворах, мг/дм3 | Аликвотная часть градуировочного раствора с концентрацией 0,001 мг/см3, помещаемая в колбу вместимостью 50 см3, см3 |
| 1. | 0,00 | 0,0 |
| 2. | 0,02 | 1,0 |
| 3. | 0,04 | 2,0 |
| 4. | 0,06 | 3,0 |
| 5. | 0,10 | 5,0 |
| 6. | 0,15 | 7,5 |
| 7. | 0,20 | 10,0 |
| 8. | 0,25 | 12,5 |
| 9. | 0,30 | 15,0 |

Затем добавляют дистиллированную воду до объёма примерно 40 см³, прибавляют 2 см³ реактива Грисса, перемешивают и доводят объём до метки. Растворы выдерживают 40 минут для развития окраски.

**2. Фотометрическое измерение градуировочных растворов**

Через 40 минут измеряют оптическую плотность каждого раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 520 нм в кюветах с толщиной поглощающего слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения используют дистиллированную воду с добавленным реактивом Грисса (холостой опыт).

Каждый образец измеряют не менее трёх раз для повышения точности. Средние значения оптической плотности заносят в таблицу 8. На основании этих данных строят градуировочный график зависимости оптической плотности от концентрации нитрит-ионов.

**3. Подготовка почвы к анализу**

Исследуемую почву доводят до воздушно-сухого состояния, затем просеивают через сито с отверстиями 1 мм. Навеску массой 20,00 г взвешивают на лабораторных весах с точностью до двух знаков после запятой.

**4. Приготовление водной вытяжки**

Навеску переносят в коническую колбу объёмом 250 см³, добавляют 100 см³ дистиллированной воды, плотно закрывают и взбалтывают на шейкере в течение 3 минут. Затем полученный раствор фильтруют через фильтр типа «синяя лента».

Фильтрат нейтрализуют до pH = 7 по универсальной индикаторной бумаге, используя по необходимости 1% раствор NaOH или HCl.

**5. Определение нитрит-ионов в почве**

Для анализа отбирают 40 см³ фильтрата и переносят в мерную колбу вместимостью 50 см³. К раствору прибавляют 2 см³ реактива Грисса, перемешивают и доводят до метки дистиллированной водой. Через 40 минут измеряют оптическую плотность раствора на фотоэлектроколориметре или спектрофотометре при длине волны 520 нм, используя кювету с толщиной поглощающего слоя 20 мм. В качестве раствора сравнения применяют холостую пробу, приготовленную на дистиллированной воде.

При анализе проб выполняют не менее двух параллельных определений. Среднее значение оптической плотности используют для определения концентрации нитрит-ионов по градуировочному графику.

***Обработка результатов***

Результаты фотометрированияградуировочных растворов заносят в таблицу 8.

Таблица 8

|  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № раствора | C(NO₂⁻), мг/дм³ | A₁ | A₂ | A₃ | Ā  (средняя оптическая плотность) |
| 1. | 0,00 |  |  |  |  |
| 2. | 0,02 |  |  |  |  |
| 3. | 0,04 |  |  |  |  |
| 4. | 0,06 |  |  |  |  |
| 5. | 0,10 |  |  |  |  |
| 6. | 0,15 |  |  |  |  |
| 7. | 0,20 |  |  |  |  |
| 8. | 0,25 |  |  |  |  |
| 9. | 0,30 |  |  |  |  |

Для количественного определения содержания нитрит-ионов в анализируемых пробах используется метод градуировочного графика, основанный на линейной зависимости между оптической плотностью окрашенных растворов и их концентрацией. Построение градуировочной зависимости удобно осуществлять с применением табличного процессора Microsoft Excel.

***Порядок построения градуировочного графика:***

1. **Ввод экспериментальных данных**

В рабочем листе Excel создаётся таблица, в которой в один столбец заносятся значения концентрации нитрит-ионов в градуировочных растворах (мг/дм³), а в соседний столбец - соответствующие значения средней оптической плотности Ā, измеренные фотометрически.

**2. Построение графика**

Выделите оба столбца с экспериментальными данными, затем во вкладке «Вставка» выберите «Диаграмма» → «Точечная» (тип - «точечная диаграмма с маркерами»). Построенный график отразит зависимость оптической плотности (ось Y) от концентрации нитрит-ионов (ось X).

**3. Добавление линии тренда**

На графике щёлкните по любому маркеру (точке), затем нажмите правую кнопку мыши и выберите «Добавить линию тренда». В параметрах линии тренда укажите:

* тип - «Линейная»;
* опции - «Отобразить уравнение на диаграмме» и, при необходимости, «Показать значение R²» (коэффициент аппроксимации).

**4. Получение уравнения калибровочной линии**

Программа Excel автоматически построит линию наилучшего приближения (метод наименьших квадратов) и отобразит уравнение прямой в виде:

, (12)

где A – оптическая плотность;

С – концентрация нитрит-ионов в растворе, мг/дм3;

- угловой коэффициент (наклон прямой);

- свободный член (сдвиг по оси Y).

**5. Расчет концентрации в неизвестной пробе**

Для определения содержания нитритов в анализируемом растворе измеренное значение оптической плотности подставляется в уравнение прямой. Вычисленная таким образом концентрация C используется в дальнейшем для расчета содержания нитрит-ионов в пробе.

Содержание нитрит-ионов в анализируемой пробе рассчитывают по формуле:

*,* (13)

где -концентрация нитрит-ионов в растворе, найденная по градуировочному графику, мг/дм3;

- общий объем вытяжки, см3;

- объем аликвотной части, взятый для анализа, см3;

- вместимость мерной колбы, 50 см3;

- навеска пробы, г;

К - коэффициент пересчета на абсолютно сухую почву.

Влажность почвы (W) рассчитывают по формуле:

, (14)

где - масса навески до высушивания, г;

- масса сухой навески (после высушивания), г.

Для расчёта содержания нитрит-ионов на абсолютно сухое вещество используется коэффициент пересчёта:

, (15)

где – влажность почвы, %.

Результаты анализа оформляются в виде таблице 9 и 10.

Таблица 9

|  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | Масса бюкса, г | Масса бюкса с сырой почвой, г | Масса бюкса с высушенной почвой, г | Масса сырой навески, г | Масса сухой навески, г | W, % | K |
| 1. |  |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |  |

Таблица 10

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | Концентрация нитрит-ионов в растворе, найденная по градуировочному графику, С, мг/дм3 | Общий объём вытяжки, V₁, см3 | Объём аликвоты, V2, см3 | Масса навески, а, г | Коэффициент пересчета на абсолютно сухую почву, K | Содержание нитрит-ионов в анализируемой пробе, Х, мг/дм3 |
| 1. |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |

***Контрольные вопросы:***

1. В чём заключается принцип фотометрического определения нитритов с использованием реактива Грисса?
2. Зачем необходим градуировочный график при определении нитритов?
3. При каких условиях возможно накопление нитритов в почве?
4. Для чего проводится нейтрализация почвенной вытяжки перед анализом?
5. Почему при расчётах учитывают влажность почвы и как определяется коэффициент пересчёта на абсолютно сухое вещество?

# **Лабораторная работа №5**

**Исследование влияния различных типов удобрений на изменение pH и кислотно-щелочного баланса почвы**

Водородный показатель (pH) определяет реакцию почвенной среды, оказывая влияние на подвижность и доступность элементов питания, активность почвенной микрофлоры, а также эффективность агрохимических мероприятий. Колебания pH могут происходить под действием природных процессов, но особенно выражены они при внесении удобрений.

Некоторые виды минеральных удобрений способны изменять реакцию почвы. Азотные удобрения, содержащие аммоний или мочевину, при микробиологическом окислении приводят к подкислению среды. Фосфорные удобрения при взаимодействии с компонентами почвы могут создавать локальные зоны повышенной кислотности, особенно при избыточном внесении.Калийные удобрения, в том числе сульфат калия и хлорид калия, обладают относительно нейтральным действием, однако могут косвенно влиять на буферные свойства почвы и ионный обмен.

Изучение изменений водородного показателя после внесения различных типов удобрений позволяет оценить возможные сдвиги в кислотно-щелочном балансе и учитывать эти данные при выборе агрохимических мероприятий.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Аммоний сульфат*
2. *Суперфосфат*
3. *Сульфат калия*
4. *Стандартные буферные растворы с pH 4,01; 6,86; 9,18*
5. *pH-метр с электродом*
6. *Конические колбы вместимостью 250 см³*
7. *Мерные стаканы вместимостью 50 см³*
8. *Лабораторные весы*
9. *Пипетки*
10. *Фильтровальная бумага*
11. *Шейкер или магнитная мешалка*

***Ход определения***

1. **Подготовка почвы**

Пробу исследуемой почвы доводят до воздушно-сухого состояния и просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм.

1. **Калибровка прибора**

Перед началом измерений pH необходимо откалибровать прибор. Это важно для получения точных и воспроизводимых результатов. Калибровка проводится с использованием стандартных буферных растворов с pH 4,01, 6,86 и 9,18.

***Порядок калибровки:***

2.1. Подготовьте электрод: аккуратно снимите защитный колпачок, промойте электрод дистиллированной водой и обсушите фильтровальной бумагой.

2.2. В отдельные чистые стаканы налейте небольшое количество каждого буферного раствора.

2.3. Включите прибор и выберите режим калибровки.

2.4. Погрузите электрод в буфер с pH 6,86, дождитесь стабилизации показаний (не менее 1,5 минуты), подтвердите точку калибровки.

2.5. Повторите действия с буферами pH 4,01 и 9,18, каждый раз промывая электрод дистиллированной водой.

2.6. По завершении калибровки прибор автоматически перейдёт в режим измерения.

Во время работы необходимо периодически проверять точность измерений по буферному раствору pH  6,86. При отклонении от значения более чем на ±0,05 необходимо выполнить повторную калибровку.

**3. Приготовление водной вытяжки почвы**

Навеску массой 20,00 г помещают в коническую колбу объёмом 250 см³, добавляют 100 см³ дистиллированной воды, перемешивают на шейкере или с помощью пропеллерной мешалки в течение 3 минут. Суспензию оставляют на 5 минут для отстаивания.

Готовят две параллельные пробы: одна используется для определения исходного значения pH, вторая - для моделирования воздействия удобрений.

**4**. **Измерение контрольного рН0**

Из первой колбы отбирают 15-20 см³ суспензии, переносят в чистый химический стакан объёмом 50 см³. Промывают электрод и опускают в суспензию таким образом, чтобы он не касался стенок и дна, выдерживают около 1,5 минуты для стабилизации показаний. Полученное значение фиксируют как pH₀.

**5. Моделирование внесения удобрений**

Во вторую колбу вносят соответствующее количество удобрения, эквивалентное 0,5 г/кг почвы:

* навеску аммоний сульфата
* навеску суперфосфата
* навеску сульфата калия

После добавления удобрения почву перемешивают 3 минуты, выдерживают 5 минут и измеряют водородный показатель.

Из каждой исследуемой колбы отбирают 15–20 см³ суспензии, которую переносят в чистый химический стакан вместимостью 50 см³. Перед началом измерения электрод pH-метра тщательно промывают дистиллированной водой, при необходимости - промакивают фильтровальной бумагой. Электрод погружают в образец таким образом, чтобы он не касался стенок и дна стакана. После стабилизации показаний (в течение примерно 1,5 минуты) фиксируют значение водородного показателя. Измерения проводят последовательно для каждой модели - азотной, фосфорной и калийной. Полученные значения используют для оценки влияния соответствующих удобрений на кислотно-щелочной режим почвы.

***Обработка результатов***

Результаты измерений оформляются в виде таблицы 11.

Таблица 11

|  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | |  | | --- | |  |  |  | | --- | | pH₀ (контроль) | | pHаз | pHфос | pHкал | ΔpHаз | Δ pHфос | Δ pHкал |
| 1. |  |  |  |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |  |  |  |

Изменение водородного показателя в результате внесения удобрений рассчитывается по формуле:

, (16)

где – водородный показатель почвенной вытяжки после внесения удобрения (аммоний сульфата, суперфосфата или сульфата калия);

- сходный (контрольный) водородный показатель почвы до внесения удобрений.

На основе полученных данных делают вывод о характере воздействия различных удобрений на кислотно-щелочной баланс почвы.

***Контрольные вопросы:***

1. Что представляет собой водородный показатель почвы, и почему его измерение важно для агрохимического анализа?
2. Каким образом различные типы минеральных удобрений могут влиять на кислотно-щелочное состояние почвы?
3. В чём заключается необходимость калибровки pH-метра перед началом измерений?
4. Почему важно соблюдать одинаковые условия (навеска, объём воды, время перемешивания) при моделировании внесения удобрений?
5. Как интерпретировать изменение значения pH после внесения азотных, фосфорных и калийных удобрений?

# **Лабораторная работа №6**

**Определение содержания нефтепродуктов в пробах воды из различных источников методом флуориметрии**

Нефтепродукты относятся к числу наиболее распространённых и стойких загрязнителей водной среды. Основными путями их поступления в водоёмы являются утечки при транспортировке и хранении нефти, сбросы недостаточно очищенных сточных вод, поверхностный сток с территорий промышленных предприятий и автотранспортной инфраструктуры, аварийные разливы. Кроме того, загрязнение может происходить за счёт инфильтрации с поверхностейв подземные горизонты.

Даже при относительно низких концентрациях нефтепродукты способны нарушать природные процессы самоочищения воды, снижать её прозрачность, препятствовать проникновению света и газообмену. Они оказывают токсическое действие на водную биоту, угнетают рост и развитие фитопланктона и зоопланктона, нарушают репродуктивные функции гидробионтов, а также могут накапливаться в пищевых цепях. При высоких концентрациях воздействие становится остро токсичным. Кроме того, нефтяные загрязнения ухудшают санитарные свойства воды, ограничивают её хозяйственно-бытовое использование и могут представлять риск для здоровья человека.

Для контроля содержания нефтепродуктов в воде применяются различные физико-химические методы анализа. Флуориметрический метод основан на способности ряда компонентов нефтяных фракций, в первую очередь полициклических ароматических углеводородов, к флуоресценции. Эти вещества поглощают ультрафиолетовое излучение и испускают свет в видимом диапазоне, интенсивность которого прямо пропорциональна их концентрации.

Для проведения анализа предварительно выполняется экстракция нефтепродуктов из водной пробы с использованием неполярного органического растворителя - гексана. Он эффективно извлекает углеводороды из водной фазы за счёт высокого сродства к органическим соединениям и позволяет сконцентрировать анализируемые вещества.

Флуориметрический метод широко используется в практике экологического мониторинга, при контроле качества природных и сточных вод и в санитарно-гигиенической оценке состояния водоёмов.

Определение концентрации нефтепродуктов в воде позволяет оценивать степень антропогенной нагрузки, своевременно выявлять отклонения от нормативных значений и принимать обоснованные меры по охране водных ресурсов.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. *Гексан (или н-гексан, аналитической чистоты)*
2. *Стандартные растворы нефтепродуктов в гексане с концентрацией 1 и 10 мг/дм³*
3. *Делительная воронка на 250 см3*
4. *Пипетка на 10 см3*
5. *Химические стаканы*
6. *Емкость для слива*
7. *Флуориметр*
8. *Стеклянные кюветы*

***Ход определения***

**1. Калибровка прибора**

Перед началом анализа прибор калибруется по двум стандартным точкам: 1 мг/дм³ и 10 мг/дм³ нефтепродуктов в гексане. Стандартные растворы заливаются в чистые кюветы и поочерёдно помещаются в флуориметр.

Флуориметр измеряет интенсивность свечения каждого раствора и по результатам строит градуировочную кривую. Встроенное программное обеспечение автоматически рассчитывает уравнение зависимости интенсивности флуоресценции от концентрации нефтепродуктов и сохраняет его для последующего анализа проб.

**2. Подготовка водных проб**

Исследуемую водуобъемом 100 см3 помещают в делительную воронку, добавляют 10см3 гексана, экстрагируют в течение 3-5 минут, периодически стравливая избыточное давление. После окончания экстракции дают раствору отстояться до полного разделения фаз. Нижний (водный) слой аккуратно сливают через кран в отдельный сосуд для слива. Верхний (органический) слой, содержащий извлечённые нефтепродукты, осторожно переносят через горловину в чистый сухой химический стакан для последующего анализа.

**3. Измерение интенсивности флуоресценции**

Подготовленный экстракт переносят в кювету и измеряют флуоресценцию при тех же параметрах, что использовались при калибровке. Программа прибора рассчитывает концентрацию нефтепродуктов в извлечённой пробе на основании ранее построенной градуировочной зависимости.

***Обработка результатов***

Содержание нефтепродуктов X (в мг/дм³) в исходной воде рассчитывают по формуле:

, (17)

где С - массовая концентрация нефтепродуктов в гексановом экстракте пробы, мг/дм³;

- объём гексана, использованного для экстракции, см³;

- объём исследуемой водной пробы, см³.

Результаты измерений оформляют в виде таблицы 12.

Таблица 12

|  |  |  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | |  | | --- | |  |  |  | | --- | |  |   Объём пробы, см³ | Объём гексана, см³ | Массовая концентрация нефтепродуктов в гексановом экстракте пробы, С, мг/дм³ | Содержание нефтепродуктов в воде, Х, мг/дм³ |
| 1. |  |  |  |  |
| 2. |  |  |  |  |

***Контрольные вопросы:***

1. В чём заключается принцип флуориметрического определения нефтепродуктов?
2. Почему в качестве экстрагента используют гексан?
3. Какие меры предосторожности необходимо соблюдать при работе с органическими растворителями?
4. Чем обусловлена необходимость градуировки прибора перед измерением?
5. Какие факторы могут повлиять на точность флуориметрического анализа?

# **Лабораторная работа №7**

**Исследование влияния солевого загрязнения на электропроводность почвенных растворов**

Солевое загрязнение является одной из распространённых форм деградации почв, возникающей как в результате природных процессов, так и вследствие антропогенного воздействия. Основными источниками поступления солей в почву служат мелиоративные мероприятия, использование солесодержащих удобрений, попадание сточных вод и инфильтрация загрязнённых поверхностных вод. Повышенное содержание растворимых солей негативно влияет на водно-солевой режим, биологическую активность почвы и её продуктивность.

Для оценки степени засоления используется измерение электропроводности почвенного раствора, которая отражает суммарное содержание растворённых ионов. Электропроводность (удельная электрическая проводимость) зависит от концентрации и подвижности ионов (Na⁺, Cl⁻, Ca²⁺, Mg²⁺, SO₄²⁻ и др.) и выражается в миллисименсах на сантиметр (мСм/см). Чем выше содержание солей, тем выше электропроводность раствора.

Измерение электропроводности проводится с помощью прибора - кондуктометра. Он регистрирует прохождение электрического тока через водный раствор между двумя электродами, позволяя получить численное значение электропроводности, которое служит косвенным показателем степени загрязнения.

Для ориентировочной оценки уровня засоления почвы используются следующие пороговые значения (для вытяжек в соотношении почва : вода = 1 : 5, при 25 °C):

Таблица 13

|  |  |
| --- | --- |
| Электропроводность, мСм/см | Характеристика почвы |
| < 1,0 | Нормальная, не засолённая |
| 1,0 – 2,0 | Слабозасолённая (возможны ограничения для чувствительных культур) |
| 2,0 – 4,0 | Среднезасолённая (заметное снижение урожайности) |
| > 4,0 | Сильно засолённая (пригодна только для солеустойчивых культур) |

Чувствительность растений к засолению варьирует: например, фасоль, картофель и морковь плохо переносят значения электропроводности выше 1,5-2 мСм/см, в то время как свёкла, ячмень и подсолнечник сохраняют продуктивность при уровнях до 4-6 мСм/см.

Изучение зависимости электропроводности от концентрации хлоридов натрия позволяет смоделировать влияние солевого загрязнения на свойства почвенного раствора и выполнить экспресс-оценку изменения экологического состояния почвы. Метод находит применение в экологическом мониторинге, агрохимической характеристике почв, а также при оценке эффективности мелиоративных мероприятий и прогнозировании последствий солевого воздействия на почвенные экосистемы.

***Необходимые реактивы, посуда и оборудование:***

1. Раствор NaCl с массовой долей0,1%; 0,5%; 1%
2. Весы лабораторные
3. Мерные цилиндры, вместимость 100 см³
4. Химические стаканы
5. Пробирки или ёмкости для инкубации почвы
6. Кондуктометр с электродом для измерения электропроводности
7. Пипетки
8. Стеклянные палочки
9. Шейкер или мешалка
10. Индикаторная бумага для контроля pH

***Ход определения***

**1. Подготовка почвы**

Пробу исследуемой почвы доводят до воздушно-сухого состояния и просеивают через сито с диаметром отверстий 1 мм. Взвешивают навески по 20,00 г в четырех отдельных химических стаканах.

**2. Моделирование солевого загрязнения**

К каждой навеске добавляют 100 см³ дистиллированной воды. В первую пробу не добавляют соли (контроль). Во вторую, третью и четвёртую пробы добавляют по 20 см³ растворов NaCl с массовой долей 0,1 %, 0,5 % и 1 % соответственно. Перемешивают на шейкере или вручную 3 минуты и оставляют на 5 минут для осаждения твёрдой фазы.

**3. Измерение электропроводности**

Из каждой суспензии отбирают по 15-20 см³ надосадочной жидкости, переносят в чистые химические стаканы объёмом 50 см³. Перед началом измерений электрод кондуктометра промывают дистиллированной водой. Электрод погружают в раствор, не касаясь стенок и дна, и после стабилизации показаний (1-2 минуты) фиксируют электропроводность в мСм/см. Измерения повторяют для каждой пробы.

***Обработка результатов***

Результаты измерений заносят в таблицу 14.

Таблица 14

|  |  |  |  |  |
| --- | --- | --- | --- | --- |
| № пробы | |  | | --- | |  |  |  | | --- | |  |   Концентрация NaCl в растворе, % | Электропроводность, мСм/см |
| 1. |  |  |
| 2. |  |  |

Постройте график зависимости электропроводности от концентрации NaCl. По форме кривой сделайте вывод о характере изменения солевого фона. Оцените, при каких концентрациях электропроводность превышает пороговые значения.

***Контрольные вопросы:***

1. Что такое электропроводность почвенного раствора и какие ионы вносят основной вклад в её величину?
2. Почему для оценки солевого загрязнения используется именно метод измерения электропроводности?
3. Какие факторы, помимо солей, могут влиять на электропроводность почвы?
4. Какое значение электропроводности считается критическим для нормального роста растений?
5. В чём особенности поведения ионов Na⁺ в почвенной среде и как они влияют на структуру почвы?

# **СПИСОК ИСПОЛЬЗУЕМОЙ ЛИТЕРАТУРЫ**

1. ГОСТ 26487-85. Почвы. Методы определения содержания кальция и магния. - М.: Изд-во стандартов, 1985. - 7 с.
2. ГОСТ 31859-2012. Вода. Метод определения биохимического потребления кислорода при 20 °C. - М.: Стандартинформ, 2013. - 14 с.
3. ГОСТ 4192-82. Вода. Метод фотометрического определения нитритов. - М.: Изд-во стандартов, 1982. - 9 с.
4. ГОСТ 26483-85. Почвы. Метод определения рН водной вытяжки и солевой суспензии. - М.: Изд-во стандартов, 1985. - 8 с.
5. ГОСТ 26423-85. Почвы. Метод определения электропроводности вытяжки. - М.: Изд-во стандартов, 1985. - 6 с.
6. ПНД Ф 14.1:2:4.128‑98 (издание 2012 г., с Изменением № 1 от 13.07.2017, введено в действие 01.01.2018). Количественный химический анализ вод. Методика выполнения измерений массовой концентрации нефтепродуктов в пробах природных, питьевых и сточных вод флуориметрическим методом на анализаторе жидкости «Флюорат‑02». - М.: ФБУ «Федеральный центр анализа и оценки техногенного воздействия», 2012. - 34 с.
7. МУК 4.2.1884-04. Санитарно-микробиологический и санитарно-паразитологический анализ воды поверхностных водных объектов. - М.: Федеральный центр гигиены и эпидемиологии Роспотребнадзора, 2004. - 52 с.
8. МУ 2.1.4.1184-03. Методические указания по внедрению и применению санитарно-эпидемиологических правил и нормативов СанПиН 2.1.4.1116-02 «Питьевая вода. Гигиенические требования к качеству воды, расфасованной в ёмкости. Контроль качества». - М.: Федеральный центр госсанэпиднадзора Минздрава России, 2003. - 20 с.

*Лабораторный практикум*

*БЫКОВА Татьяна Владимировна*

*Ермаков Василий Васильевич*

**Химико-аналитический контроль компонентов окружающей среды**

В авторской редакции

Подписано в печать 17.08.09

Формат 60×84 1/16. Бумага офсетная

Усл. п. л. 0,93 Уч.-изд. л. 0,85

Тираж 20 экз. Рег. № 93/09

\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_\_

Федеральное государственное бюджетное  
образовательное учреждение высшего образования

«Самарский государственный технический университет»

443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Главный корпус

Отпечатано в типографии

Самарского государственного технического университета

443100, г. Самара, ул. Молодогвардейская, 244. Корпус № 8