

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ УКРАЇНИ
«КИЇВСЬКИЙ ПОЛІТЕХНІЧНИЙ ІНСТИТУТ
імені ІГОРЯ СІКОРСЬКОГО»

БІОТЕХНОЛОГІЇ ОЧИЩЕННЯ ВОДИ. ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ

НАВЧАЛЬНИЙ ПОСІБНИК

Укладачі: Л. А. Саблій, В. С. Жукова, М. Ю. Козар

*Рекомендовано Методичною радою КПІ ім. Ігоря Сікорського
як навчальний посібник для здобувачів ступеня бакалавра
за освітньою програмою «Біотехнології»
спеціальності 162 «Біотехнології та біоінженерія»*

Електронне мережне навчальне видання

Київ
КПІ ім. Ігоря Сікорського
2022

Рецензент *Косогіна І.В.*, к.т.н., доц., доцент кафедри технології неорганічних речовин, водоочищення та загальної хімічної технології хіміко-технологічного факультету КПІ ім. Ігоря Сікорського

Відповідальний редактор *Щурська К.О.*, к.т.н., доц., доцент кафедри біоенергетики, біоінформатики та екобіотехнології факультету біотехнології і біотехніки КПІ ім. Ігоря Сікорського

Гриф надано Методичною радою КПІ ім. Ігоря Сікорського (протокол N 5 від 26.05.2022 р.) за поданням Вченої ради Факультету біотехнології і біотехніки (протокол № 10 від 23.05.2022 р.)

У посібнику наведено лабораторні роботи для аналізу та дослідження природних та стічних води, активного мулу та біоплівки. Надано теоретичні відомості, перелік реактивів, обладнання та приладів для аналізів, хід виконання, формули для розрахунку, зміст звіту та контрольні запитання.

Для студентів – здобувачів ступеня бакалавра за освітньою програмою «Біотехнології» спеціальності 162 «Біотехнології та біоінженерія». Може бути корисним магістрам, аспірантам, інженерно-технічним і науковим працівникам, які займаються дослідженнями систем водоочищення.

Реєстр. № НП 21/22-433. Обсяг 2,1 авт. арк.

Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»
проспект Перемоги, 37, м. Київ, 03056
<https://kpi.ua>

Свідоцтво про внесення до Державного реєстру видавців, виготовлювачів і розповсюджувачів видавничої продукції ДК № 5354 від 25.05.2017 р.

© КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2022

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4
1. ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ	5
1.1 Лабораторна робота № 1. Визначення концентрації завислих речовин. Дослідження кінетики осідання завислих речовин у воді	5
1.2 Лабораторна робота № 2. Гідробіологічний аналіз активного мулу	9
1.3 Лабораторна робота № 3. Визначення перманганатної окисності	15
1.4 Лабораторна робота № 4. Визначення біхроматної окисності.....	19
1.5 Лабораторна робота № 5. Визначення концентрації нітритів	26
1.6 Лабораторна робота № 6. Визначення концентрації нітратів	30
1.7 Лабораторна робота № 7. Визначення ортофосфатів.....	33
1.8 Лабораторна робота № 8. Визначення мулового індексу активного мулу	38
2. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ТА ОХОРОНА ПРАЦІ ПРИ РОБОТІ В ЛАБОРАТОРІЇ.....	42
2.1. Загальні вимоги охорони праці при роботі в лабораторії.....	42
2.2. Засоби індивідуального захисту	42
2.3. Правила пожежної безпеки в лабораторії	43
2.4. Правила електробезпеки в лабораторії.....	44
2.5. Правила зберігання реактивів.....	45
2.6. Правила роботи з хімічними речовинами	47
2.7. Перша допомога при нещасних випадках в лабораторії	50
ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ	52

ВСТУП

Навчальний посібник призначені для студентів денної форми навчання за освітньо-професійною програмою «Біотехнології» спеціальності 162 «Біотехнології та біоінженерія».

Основні завдання циклу лабораторних занять є формування таких компетентностей:

- здатність використовувати ґрунтовні знання з хімії та біології в обсязі, необхідному для оволодіння методиками аналізу складу природних та стічних вод;
- вміння проводити аналіз активного мулу та біоплівки;
- здатність обирати і використовувати відповідне лабораторне обладнання, реактиви, посуд тощо.

В результаті виконання студентами циклу лабораторних робіт у студентів будуть розвинуті такі програмні результати навчання:

- вміти здійснювати аналіз сучасних біологічних методів очищення міських і промислових стічних вод з метою вибору раціонального та ефективного методу для видалення певного виду чи суміші забруднюючих речовин;
- вміти проводити мікроскопічний аналіз та оцінку стану біоценозів, що здійснюють біологічне очищення води (активного мулу, біологічної плівки, іммобілізованих мікроорганізмів) з метою визначення впливу фізико-хімічних та біологічних факторів зовнішнього середовища на життєдіяльність клітин живих організмів;
- використовуючи фізико-хімічні методи, вміти здійснювати контроль якості природних та стічних вод на вміст у них забруднювачів (за ХСК, БСК, завислими речовинами, сполуками неорганічного азоту, фосфатами тощо).

1. ЛАБОРАТОРНІ РОБОТИ

1.1 Лабораторна робота № 1. Визначення концентрації завислих речовин. Дослідження кінетики осідання завислих речовин у воді

Мета: визначення концентрації завислих речовин та дослідити кінетику осідання завислих речовин у воді.

Теоретичні відомості

Завислі речовини – показник, що характеризує кількість домішок, затриманих на паперовому фільтрі при фільтруванні проби. Це один з найважливіших технологічних показників якості води, що дозволяє оцінити кількість осадів, що утворюються у процесі очищення стічних вод. Крім того, цей показник використовується як розрахунковий параметр при проєктуванні первинних відстійників. Кількість завислих речовин – один з основних нормативів при розрахунку необхідного ступеня очищення стічних вод [3, 12].

Концентрація завислих речовин визначається як віднесена до 1 дм³ маса висушених за температури 105^oC до постійної величини речовин, які затримуються при фільтруванні стічних вод через знезолений паперовий фільтр [5].

Джерелами потрапляння у природні води завислих речовин можуть служити процеси ерозії ґрунтів і гірських порід, скаламучення донних відкладень, продукти метаболізму й розкладення гідробіонтів, продукти хімічних реакцій, речовини антропогенного походження. Завислі речовини у водоймах впливають на глибину проникнення сонячного світла, погіршують умови життєдіяльності гідробіонтів, призводять до замулювання водних об'єктів, викликаючи їх екологічне старіння (евтрофікацію) [7, 12].

Завислі речовини є характерним забрудненням стічних вод. Концентрація завислих речовин у міських стічних водах зазвичай становить 100 – 300 мг/дм³. Завислі речовини - нерозчинні грубодисперсні домішки

органічного і мінерального походження з густиною, відмінною від густини води, які знаходяться у завислому і плаваючому стані [3].

Для видалення із води завислих речовин використовують найчастіше відстійники, робота яких полягає у використанні явища осадження (седиментації) частинок зависі під дією сили тяжіння. Осадження частинок може бути вільним чи стисненим. Вільне осадження теоретично можливе лише тоді, коли частинка незмінної форми і розмірів осаджується в необмежено великому об'ємі рідини. Швидкість вільного осадження частинки кулястої форми в умовах ламінарного режиму її обтікання рідиною ($Re \leq 2$) визначається за законом Стокса, який враховує густину і діаметр частинки, в'язкість і густину середовища, прискорення сили тяжіння тощо [3, 4, 12].

При освітленні міських стічних вод має місце стиснене осадження, коли одночасно осідає ціла маса зависі, а швидкість осадження частинок є меншою від швидкості поодинокого осадження таких самих частинок [3].

Завислі речовини, що містяться в стічних водах, складаються з частинок різного розміру, гідравлічна крупність яких змінюється в значних межах. Такі завислі речовини називаються полідисперсними. Завдяки своїм адгезійним властивостям вони агломеруються при взаємних зіткненнях в умовах стисненого осадження, що зумовлює зміну їх форми, розмірів, густини і, як наслідок, швидкості осадження. Таке явище називають гравітаційною або ортокінетичною коагуляцією. Полідисперсність завислих речовин, зміна їх властивостей по висоті шару рідини, що відстоюється, ускладнюють теоретичне визначення закономірностей освітлення. Тому кількісний вплив чинників на кінетику гравітаційного освітлення визначають експериментальним шляхом при освітленні стічних вод в стані спокою [3, 12].

Для запобігання підвищеному приросту активного мулу в аеротенках чи біоплівки в біофільтрах концентрація завислих речовин в стічних водах перед цими спорудами не повинна перевищувати 150 мг/дм^3 . Найпростішим,

найменш енергоємним і найдешевшим, а тому широко розповсюдженим в технології очистки стічних вод способом видалення завислих речовин із стічних вод є гравітаційне відстоювання, під час якого завислі частинки осідають на дно споруди або спливають на її поверхню. Відстоювання здійснюють у відстійниках, які відрізняються за призначенням, режимом роботи, напрямком руху рідини і формою [3].

При відведенні очищених стічних вод у поверхневі водойми вміст завислих речовин не повинен збільшуватися більш ніж [7]:

- на $0,25 \text{ мг/дм}^3$ у водоймах, які використовуються для питного водокористування;
- на $0,75 \text{ мг/дм}^3$ для водойм, які використовуються для господарсько-побутового водокористування.

Для визначення вмісту завислих речовин використовують фільтрування води через паперові фільтри [5].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- циліндри мірні місткістю 500 см^3 ;
- колби мірні місткістю $0,1; 0,25; 0,5 \text{ дм}^3$;
- лійки хімічні;
- паперові фільтри для кількісного визначення (біла стрічка). Фільтр висушують приблизно 1 годину при 105°C до постійної маси і зважують.
- бюкси;
- ексікатор;
- сушильна шафа (105°C);
- терези [5].

Хід визначення

Об'єм води, який необхідно взяти для визначення, залежить від приблизного вмісту в ній завислих речовин і може бути знайдений за даними, що представлені в таблиці 1.

Таблиця 1. Необхідний об'єм проби води для визначення завислих речовин [5]

Приблизний вміст завислих речовин, мг/дм ³	< 10	10-50	50-100	100-500	> 500
Об'єм проби, дм ³	1,5-2	1,0	0,5	0,25	0,1

Паперові беззолні фільтри “біла стрічка” розміщують в бюксах з відкритими кришками у сушильній шафі, нагрівають до 105 °С, висушують протягом 2 годин, закривають кришками, охолоджують в ексікаторі і зважують на аналітичних вагах [5].

Для визначення завислих речовин відміряють циліндром об'єм ретельно перемішаної проби. Після перенесення проби на попередньо підготовлений фільтр, осад на фільтрі промивають дистильованою водою (об'єм 70 – 80 мл). Фільтр з осадом висушують на повітрі, потім розміщують в бюксі і у відкритому вигляді висушують 2 години при 105°С, закривають бюкс, охолоджують в ексікаторі і зважують. Результати записують в г з точністю до третього або четвертого знаку після коми. Висушування, охолодження і зважування повторюють до досягнення постійної маси [5].

Обробка результатів вимірювань

Вміст завислих речовин в мг/дм³ обчислюють за формулою:

$$x = \frac{(m_3 - m_1 - m_2) \cdot 1000}{V}, \quad (1.1)$$

де m_1 – маса висушеного паперового фільтра, мг; m_2 – маса бюкса, мг; m_3 – маса бюкса з фільтром і висушеними речовинами, мг; V – об'єм проби, взятої для визначення, см³ [5].

Результати заокруглюють з точністю до 1 мг/дм³, а якщо знайдена величина перевищує 1000 мг/дм³, то до 10 мг/дм³.

Визначення динаміки осідання завислих речовин

Пробу стічної води об'ємом 500 см³ вносять в циліндр місткістю 500 см³ і вміст 3 рази перемішують круговими рухами. Потім циліндр ставлять на

рівну поверхню столу, включають секундомір і через кожні 3 хв визначають об'єм в см³, який займає осіла маса завислих речовин. Через 30 хв відстоювання записують остаточне значення об'єму (у см³). Результат округлюють до цілих. На підставі отриманих даних потрібно побудувати криву, що характеризує динаміку осідання завислих речовин у стічних воді - $V = f(t)$ [5].

Оформлення звіту

В звіті потрібно вказати отримані результати вимірювання та результати обчислення концентрації, навести результати визначення динаміки осідання та побудувати криву динаміки осідання завислих речовин. Навести фото динаміки осідання. Провести аналіз отриманих результатів і зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. Охарактеризуйте завислі речовини, які містяться в стічних водах.
2. Який закон описує процес седиментації завислих речовин?
3. Що таке вільне і стиснене осадження?
4. Проаналізуйте динаміку осідання завислих речовин.

1.2 Лабораторна робота № 2. Гідробіологічний аналіз активного мулу

Мета: проведення гідробіологічного аналізу активного мулу та біоплівки.

Теоретичні відомості

Активний мул та біоплівка являють собою сформований біоценоз. До його складу входять бактерії, найпростіші, черви. Головна роль у переробці органічних сполук належить бактеріям. Найпростіші споживають бактерій та тонкодисперсні частинки, чим сприяють освітленню рідини. Інші представники біоценозу також беруть участь в освітленні рідини. Постійні спостереження за процесом біологічного очищення стічних вод показали, що

склад активного мулу та біоплівки свідчить про ефективність роботи очисних споруд [4].

Розглянемо характеристику активного мулу в різних умовах.

Задовільно працюючий мул

В задовільно працюючому мулі знаходяться різноманітні найпростіші з деякою перевагою певного виду. Іноді зустрічаються *Lionotus*, *Podophrya*, *Vorticella microstoma*, джгутикові та дрібні амеби. Постійно присутні черевовійчасті та круговійчасті інфузорії. Бактерії – переважно в зооглейних скупченнях. Всі організми рухливі, у жвавому стані. Пластівець мулу компактний. Мул швидко осідає. Вода над мулом прозора [1, 3].

Голодуючий мул

В разі низької концентрації органічних речовин у стічній воді активний мул відчуває "голодування". При цьому найпростіші поступово дрібнішають, вони стають прозорими, їхні травні вакуолі зникають, інфузорії перетворюються на цисти. Коловертки утворюють цисти пізніше, ніж інфузорії. Сірка в клітинах нитчастих сіркобактерій зникає. Зооглеї та пластівці мулу стають прозорими. Вода над мулом каламутна [2, 3].

Нітрифікуючий мул

В разі нестачі органічного живлення та надлишку мінерального азоту, в рідині, яка очищається, може утворюватись значна кількість нітритів та нітратів. При цьому в воді присутні в помітній кількості коловертки (*Callidina*, *Rotatoria* та інші); переважають *Peritricha* (*Vorticella convallaria*, *Carchesium*), *Arcella*, крупні амеби, буйно розвиваються *Zoogloea ramigera*. Можлива присутність у великій кількості малоцетинкових червів *Aelosoma*. Відсутні *Chilodon*, дрібні амеби, безбарвні джгутикові. Пластівець мулу пухкий, після осідання спливає [2, 4].

Перевантажений мул

Пластівці мулу містять механічні включення. *Vorticella* має замкнений війчастий диск. У тому випадку, коли активний мул не справляється із забрудненням, що надходить, для біоценозу мулу характерна мала

різноманітність видів при кількісній перевазі двох, трьох з них. Звичайно спостерігається велика кількість безбарвних джгутикових, дрібних амеб, *Lionotus* або дрібних інфузорій. Іноді в помітній кількості присутні *Podophrya*, *Chilodon*, *Nematodes*, *Vorticella microstoma*, *Opercularia* та нитчасті бактерії. Мул забруднений різноманітними вкрапленнями: органічними аморфними частинками, сміттям. Пластівці мулу темні, густі. Вода над мулом з опалесценцією [1, 3].

Мул при зміні складу стічної води

Спостерігається збільшення кількості джгутикових, перетворення найпростіших на цисти, загибель коловерток в стисненому стані, зменшується кількість нитчастих, які у подальшому можуть знову з'являтися [1, 4].

Мул неадаптований

Зменшується число видів, мають перевагу один-два види. Гідробіонти дрібнішають, особливо *Vorticella convallaria*, *Opercularia*, *Carchesium*. Загальна кількість зростає або значно зменшується в залежності від ступеня токсичності води. Вії інфузорій нерухомі, війчастий диск оперкулярій замкнений. Мул подрібнений, забруднений вкрапленнями промстоків, має забарвлені частки, погано осідає. Вода над мулом каламутна [1, 2].

Мул при нестачі кисню

В разі нестачі розчиненого кисню вортіцели відриваються від стебельця та утворюють особливу вільноплаваючу форму з вінцем війок на задньому кінці. При подальшому зниженні концентрації кисню з'являються особини вортіцел, роздуті до кульоподібної форми, які потім лопаються. *Opercularia* - інфузорії з замкненим війчастим диском, дрібні, нерухомі. Коловертки – залякли у витягнутому стані або відмираючі їх особини. У великій кількості з'являються джгутикові, з інфузорій переважають *Paramecium caudatum*, бо вони більш стійкі до нестачі кисню та здатні розвиватись навіть в мулі, що гниє, пластівці мулу при цьому розпадаються. Вода над мулом каламутніє [1, 2, 3, 4].

Спухаючий мул

Масовий розвиток нитчастих бактерій та грибів витиснює зооглейні скупчення, що призводить до поганого осідання активного мулу та виносу його з вторинного відстійника. Очистка при цьому погіршується. Незважаючи на те, що нитчасті бактерії та гриби є добрими мінералізаторами, побічні явища, викликані їх масовим розвитком, знижують ефект очистки [1, 3, 4].

Мул з регенератора

При задовільній регенерації спостерігається кількісна перевага *Peritricha* (*Carchesium*, *Vorticella convallaria*, *Opercularia*) перед вільноплаваючими інфузоріями. Збільшення кількості організмів *Peritricha* та зооглей у порівнянні з мулом в аеротенку. Організми рухливі. Пластивець мулу великий, добре осідає. Вода над мулом прозора. При глибокій регенерації переважають великі вільноплаваючі інфузорії. Збільшуються розміри *Vorticella* та *Opercularia*. Пластивець мулу розпадається на дрібніші пластівці. Вода над мулом має дрібну каламуть, яка не осідає [3, 4].

Біоплівка

На відміну від активного мулу біоценоз біоплівки має значно більшу різноманітність форм гідробіонтів. При постійному очищенні води в біофільтрі змінюється біоценоз біоплівки та спостерігається зміна зон сапробності. В верхньому горизонті біофільтра створюються умови для полісапробної або альфа-мезосапробної зон. В біоплівці переважають гриби, різноманітні бактерії, особливо багато нитчастих. З найпростіших мають перевагу безбарвні джгутикові (роди *Oicomonas* та *Bodo*) та вільноплаваючі інфузорії - рівновійчасті, особливо *Paramecium*, з кругловічастих інфузорій тільки *Opercularia*. В біофільтрі іноді спостерігаються представники зелених водоростей та джгутикових - *Selensastrum* та *Peranema*. З червів в незначній кількості зустрічаються коловертки та круглі черви. При проходженні рідини через біофільтр в біоплівці зменшується кількість бактерій, грибів та безбарвних джгутикових. Збільшується кількість вільноплаваючих крупних

черевовійчастих інфузорій, з'являються різноманітні прикріплені інфузорії, збільшується кількість коловерток та круглих червів. В біоплівці переважають форми, притаманні мезосапробній зоні [1, 2, 3].

Обладнання:

- мікроскоп біологічний;
- предметні скельця;
- піпетки;
- пробірки.

Хід визначення

Відбір проб для мікроскопування:

а) активний мул.

З аеротенка відбирається мулова рідина в пробірку в кількості 7-10 см³. Мул відстоюванням відділяється від рідини (2-3 хвилини) і потім піпеткою з широким отвором відбирається для мікроскопування.

б) Біоплівка.

З різних горизонтів біофільтра відбирається засипний матеріал (шлак, щебінь, керамзит, волокно та ін.), вміщується у фарфорову чашку і заливається невеликою кількістю дистильованої води. Для мікроскопування біоплівка відбирається піпеткою з широким отвором.

Послідовність опису активного мулу і біоплівки

1. Швидкість осідання мулу (швидко, повільно).
2. Колір мулу (бурий, чорний, білуватий тощо).
3. Вода над мулом (прозора, каламутна, забарвлена).

Подальший опис ведуть при мікроскопуванні. Необхідно продивитись не менш ніж 10 полів зору.

4. Щільність та розмір пластівця (щільний, роздріблений, крупний, дрібний).
5. Присутність сторонніх вкраплень.
6. Склад гідробіонтів.
7. Кількість гідробіонтів за п'ятибальною системою (див. нижче).

8. Наявність грибів та нитчастих бактерій.

9. Наявність вільноплаваючих бактерій (багато, мало).

10. Форми бактерій, які переважають (дрібні палички, крупні палички).

Пункти 4-7 описуються за використання малого збільшення (об'єктиви 4, 10), а 8 та 9 – за великого (об'єктив 40).

Кількість організмів оцінюється за п'ятибальною системою хрестиками.

Один – поодинокі,

два – мало,

три – чимало,

чотири – багато,

п'ять – масовий розвиток.

Відмічається також стан організмів, їх рухливість, робота війкового апарату.

Завдання:

1. Промікроскопувати та дати опис зразків активного мулу та біоплівки (по схемі).

2. Назвати переважаючі форми гідробіонтів, їх види [11]. Дати кількісну оцінку розвитку гідробіонтів за п'ятибальною системою.

3. Зробити висновок про стан активного мулу і біоплівки.

Оформлення звіту. В звіті потрібно навести отримані результати мікроскопування зразків активного мулу та біоплівки, вказати переважаючі форми гідробіонтів, їх види, дати кількісну оцінку. Зробити висновок про стан активного мулу і біоплівки. Навести фото зразків з визначеними гідробіонтами.

Контрольні запитання:

1. Що таке активний мул?

2. Що таке біологічна плівка?

3. Наведіть характеристики активного мулу в різних умовах.

4. Проаналізуйте якість досліджуваного активного мулу.

5. Які відмінності біоценозів активного мулу і біоплівки?
6. Які характеристики спухаючого мулу, перевантаженого мулу?

1.3 Лабораторна робота № 3. Визначення перманганатної окисності води

Мета: визначення перманганатної окисності води.

Теоретичні відомості

Окисність води – це умовна величина, яка характеризує ступінь забруднення води різноманітними речовинами, які легко окиснюються, головним чином органічного походження, а також деякими неорганічними домішками (H_2S , Fe^{2+} , NO_2^-) [6, 7].

Розрізняють перманганатну і біхроматну окисності води. При визначенні перманганатної окисності в якості окисника використовують перманганат калію в кислому середовищі. Проте $KMnO_4$ окиснює не всі домішки. Ступінь окиснення домішок води перманганатом калію є дуже важливою характеристикою питних вод, а також вод річок, захищених від попадання промислових стічних вод, оскільки при забрудненні води останніми перманганатна окисність не відповідає повному вмісту органічних речовин у воді. В цьому випадку визначають біхроматну окисність, яка характеризує загальний вміст органічних речовин у воді, в тому числі й тих, які важко окиснюються. Тому біхроматна окисність називається ще хімічним споживанням кисню (ХСК) і є найважливішим показником якості води [6].

Окисність виражається в мг кисню, необхідного для окиснення домішок, які містяться в 1 дм³ води. Окисність чистих джерельних і артезіанських вод звичайно становить 1,0-2,0 мг O_2 на 1 дм³ води. Окисність річкової води коливається в широких межах, в більшості випадків становить 1-60 мг O_2 на 1 дм³ води. Високі значення її характерні для рік, басейни яких розташовані в болотистих місцевостях [6].

Перманганатна окисність питної води систем централізованого водопостачання за нормами (ДСанПіН 2.2.4 – 171) не повинна перевищувати

5 мг O_2 /дм³, а нецентралізованих систем, в тому числі фасована, - 0,75 мг O_2 /дм³.

Різке підвищення окисності води свідчить про забруднення води і потребує спеціальних заходів у разі її використання. Раптове підвищення окисності води завжди є результатом забруднення її побутовими або промисловими стічними водами.

Проби консервують додаванням 2 см³ розбавленої (1:2) сірчаної кислоти на кожні 100 см³ води. Проби питних вод потрібно консервувати, якщо вони не можуть бути проаналізовані протягом 48 годин після їх відбору; проби поверхневих вод потрібно консервувати, якщо аналіз їх буде проводитись пізніше, ніж через 24 години [6].

Визначення перманганатної окисності проводиться методом Кубеля [6]. Метод ґрунтується на окисненні речовин, присутніх в пробі води, 0,01 н. розчином перманганату калію в сірчаноокислому середовищі при кип'ятінні.

Без розбавлення можна визначати окисність до 10 мг O_2 на 1 дм³ води. Найбільше допустиме розбавлення проб – 10-кратне. Це означає, що метод можна використати тільки для проб, окисність яких нижче 100 мг O_2 /дм³ [6].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- колби плоскодонні для кип'ятіння місткістю від 250 до 300 см³, призначені тільки для визначення окисності. Нові колби повинні бути оброблені гарячим розчином перманганату;

- скляні кульки чи обпалена пемза;

- піпетки градуйовані на 1 і 2 см³;

- піпетки на 5, 10 і 100 см³;

- бюретка на 25 см³ з краником;

- плитка електрична;

- сірчана кислота, розбавлений розчин. Прибавляють при перемішуванні 1 об'єм 96%-ої H_2SO_4 ч. д. а. до 2 об'ємів дистильованої води. До одержаного розчину за температури близько 40°C добавляють 0,01 н. розчин перманганату до слабо-рожевого забарвлення [6].

- Щавлева кислота, 0,1 н. і 0,01 н. розчини [6].

Основний розчин. Розчиняють 6,3030 г щавлевої кислоти ч. д. а. $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в розбавленій (1:15) сірчаній кислоті і доводять об'єм при 20°C до 1 дм³. Розчин зберігається в темному бутлі, він стійкий близько півроку [6].

Робочий розчин. Доводять 100 см³ 0,1 н. основного розчину щавлевої кислоти до 1 дм³ розбавленою (1:15) сірчаною кислотою. Титрований розчин можна також приготувати розчиненням 0,6303 г щавлевої кислоти ч. д. а. $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ в розбавленій (1:15) сірчаній кислоті і доведенням об'єму кислотою до 1 дм³ [6].

- Перманганат калію, приблизно 0,1 н. і 0,01 н. розчини.

Основний розчин. Розчиняють 3,2 г KMnO_4 в 1 дм³ дистильованої води. Розчин зберігають в темному бутлі, інколи перемішуючи; його можна використовувати не раніше ніж через 2-3 тижні після приготування [6].

Робочий розчин. В мірну колбу місткістю 1 л відбирають 110 см³ відстояного основного розчину перманганату калію і розбавляють до мітки дистильованою водою. Після кількох днів концентрацію розчину коректують так, щоб поправка до титру була рівною 1,00. Для цього в колбу, в якій визначають окисність, поміщають 100 см³ дистильованої води, яка не містить органічні речовини (можна використати відтитровану пробу після визначення окисності), прибавляють 10 см³ 0,01 н. розчину щавлевої кислоти і 5 см³ розбавленої сірчаної кислоти (кислоту не прибавляють, коли використовують відтитровану пробу після визначення окисності). Суміш нагрівають до кипіння і титрують розчином перманганату калію до слабо-рожевого забарвлення [6].

Відповідно до результатів титрування, якщо поправка до точно 0,01 н. розчину відрізняється від 1,00 більше, ніж на $\pm 0,05$, розчин коректують так, щоб поправка була рівною 1,00. Для цього розчин відповідно розбавляють або концентрують. Титр розчину перманганату потрібно перевіряти хоча б один раз на тиждень [6].

- Вода для розбавлення. Для розбавлення проб використовують дистильовану воду (або бідистилят), яка не містить речовин, які окиснюються.

Хід визначення

В колбу поміщають декілька скляних кульок і вносять 100 см³ проби (після двохгодинного відстоювання) або меншу її кількість, доведену до 100 см³ дистильованою водою для розбавлення, приливають 5 см³ розбавленої сірчаної кислоти і 20 см³ 0,01 н. розчину перманганату калію. Суміш нагрівають так, щоб вона закипіла через 5 хвилин і кип'ятять точно 10 хвилин. До гарячого розчину прибавляють 20 см³ 0,01 н. розчину щавлевої кислоти. Знебарвлену суміш титрують гарячим (80-90°C) 0,01 н. розчином перманганату калію до рожевого забарвлення. Температура суміші при титруванні не повинна падати нижче 80°C. Витрачену кількість перманганату відраховують з точністю до 0,1 см³ [6].

Одночасно проводять холостий дослід з водою для розбавлення.

Якщо розчин при кип'ятінні знебарвиться або побуріє, визначення повторюють з розбавленою пробю. Визначення повторюють і тоді, коли перманганату витрачається понад 60% добавленої кількості, тобто витрата на титрування перевищує 12 см³. При титруванні розбавлених проб не повинно бути витрачено менше 20% добавленої кількості перманганату, тобто менше 4 см³ [6].

Для холостої проби беруть 100 см³ води для розбавлення і обробляють її так само, як і пробу, яка аналізується. Витрата 0,01 н. перманганату не повинна перевищувати 0,2 см³.

Обробка результатів

Окисність по Кубелю (x) в мг О₂/дм³ обчислюють за формулою [6]:

$$x = \frac{(a-b)k \cdot 0,01 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{(a-b)k \cdot 80}{V}, \quad (1.2)$$

де a – об'єм 0,01 н. розчину перманганату калію, витраченого на титрування проби, см³; b – об'єм 0,01 н. розчину перманганату калію, витраченого на

титрування холостої проби, см^3 ; k – поправочний коефіцієнт до нормальності розчину перманганату калію; V – об’єм проби, взятої для аналізу, см^3 ; 8 – еквівалент кисню [6].

Якщо поправка до титру розчину перманганату має значення від 0,995 до 1,005, то при обчисленні результатів її можна не враховувати.

Результати заокруглюють з точністю до 0,1 при значеннях окисності від 0 до 10 $\text{мг O}_2/\text{дм}^3$ і до 1 - при значеннях від 10 до 100 $\text{мг O}_2/\text{дм}^3$.

Оформлення звіту. В звіті потрібно вказати отримані результати вимірювання та результати обчислення перманганатної окисності досліджуваної води. Навести фото проведення досліду на різних стадіях. Провести аналіз отриманих результатів і зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. Що таке окисність води?
2. Які є показники окисності води?
3. Як визначається перманганатна окисність води?
4. Які показники перманганатної окисності характерні для різних вод?
5. Які реактиви використовують для визначення перманганатної окисності води?

1.4 Лабораторна робота № 4. Визначення біхроматної окисності води

Мета роботи: визначення величини біхроматної окисності повним та прискореним методами.

Теоретичні відомості

Окисність води – це умовна величина, яка характеризує ступінь забруднення води різноманітними речовинами, які легко окиснюються, головним чином органічного походження, а також деякими неорганічними домішками (H_2S , Fe^{2+} , NO_2^-) [6, 7].

Біхроматна окисність називається ще хімічним споживанням кисню (ХСК) і є важливим показником якості стічних вод [6, 7].

Хімічне споживання кисню (ХСК) – це кількість кисню у мг чи г у складі сильних окисників, яка потрібна для окиснення присутніх у воді органічних і деяких (неокиснених форм) неорганічних речовин, на одиницю об'єму води [6, 7].

В англomовній літературі показник ХСК - Chemical Oxygen Demand (COD). Отже, ХСК найчастіше виражається в мг кисню, необхідного для окиснення здебільшого органічних речовин, які містяться в 1 дм³ води. Окисність чистих джерельних і артезіанських вод звичайно становить 1,0-2,0 мг О₂ на 1 дм³ води. Окисність річкових вод коливається в широких межах, в більшості випадків становить 1-60 мг О₂ на 1 дм³ води. Високі значення характерні для рік, басейни яких розташовані в болотистих місцевостях [6, 7].

Різка підвищення окисності води свідчить про забруднення води і потребує спеціальних заходів щодо очищення при її використанні. Раптове підвищення окисності води завжди є результатом забруднення її побутовими або промисловими стічними водами.

Відбір проб. Проби консервують додаванням 2 см³ розбавленої (1:2) сірчаної кислоти на кожні 100 см³ води. Проби питної води потрібно консервувати, якщо вони не можуть бути проаналізовані протягом 48 годин після їх відбору; проби поверхневих вод потрібно консервувати, якщо аналіз їх буде проводитись не пізніше, ніж через 24 години [8].

Визначення якості дистильованої води. Якість дистильованої води суттєво впливає на точність результатів, її перевіряють проведенням паралельних визначень за допомогою холостих проб з кип'ятінням і без. Різниця витрати амонію-заліза (II) сірчаноокислого більше 0,5 см³ вказує на забруднення дистильованої води. В цьому випадку якість дистильованої води підвищують шляхом повторної перегонки з підкисленим розчином біхромату калію або перманганату калію [8].

Розбавлення проб води. Дуже забруднені води з високим значенням ХСК (≥ 200 мг/дм³) розбавляють перед визначенням так, щоб на окиснення

витрачалось не більш 50% біхромату калію, що додається. Проби перед розбавленням перемішують. Рекомендоване розбавлення проб води при визначенні ХСК стічних вод приведено в таблиці 2 [8].

Таблиця 2. Розбавлення проб води при визначенні ХСК [8]

Діапазон ХСК, мг О ₂ /дм ³	Об'єм проби, см ³	Об'єм дистильованої води, см ³
50 – 200	20.0	0
200 – 600	10.0	10.0
600 – 1200	5.0	15.0
1200 – 3000	2.0	18.0
3000 - 8000	1.0	19.0

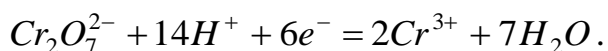
Контрольне визначення. Перевіряють метод і чистоту реагентів, аналізуючи 10 см³ стандартного розчину калію фталевокислого за тією ж методикою, що і пробу, яку аналізують. Теоретичне споживання кисню цим розчином становить 500 мг/дм³. Хід аналізу вважається задовільним, якщо контрольне визначення дає не менше 96% цього значення. Визначення проводять під час приготування нової серії розчинів реактивів [8].

Визначення біхроматної окисності (ХСК)

Біхроматний метод ґрунтується на окисненні калієм двохромовоокислим у кислому середовищі при кип'ятінні. При кип'ятінні в 50%-ій за об'ємом сірчаній кислоті біхромат окиснює більшість органічних і деякі неорганічні речовини. Після окиснення надлишок біхромату визначають титруванням розчином солі Мору. Для підвищення повноти окиснення органічних речовин до проби додають як каталізатор сульфат срібла [8].

Якщо аналіз проби повинен показати ефективність очищення стічних вод від органічних речовин, тоді проба перед аналізом повинна бути профільтрована. З іншої сторони, якщо це проба води з водойми, тоді вона потребує попереднього відстоювання.

Органічні речовини окиснюються біхроматом калію в сірчаній кислоті. Біхромат при цьому відновлюється:



Не окиснюються піридин і його гомологи: пролін, нікотинова кислота та деякі інші азотовмісні гетероциклічні сполуки, бензол, толуол та інші ароматичні вуглеводні, парафін, нафталін. Хлориди та нітрити заважають визначенню ХСК [8].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- колба круглодонна місткістю 250 см³ з пришліфованим зворотним холодильником;

- скляні кульки;

- циліндр мірний на 50 см³;

- піпетки на 5; 10; 20 і 100 см³;

- бюретка на 25 см³ з краником;

- електроплитка;

- терези технічні;

- біхромат калію, 0,25 н. розчин. Розчиняють 12,258 г K₂Cr₂O₇ ч. д. а., висушеного протягом 2 годин при 105°C, в дистильованій воді і розбавляють при 20°C до 1 дм³ [8].

- Сірчана кислота ч. д. а. концентрована;

- сульфат срібла ч. д. а.;

- сіль Мора, приблизно 0,25 н. титрований розчин. Розчиняють 98 г Fe(NH₄)₂(SO₄)₂·6H₂O ч. д. а. в дистильованій воді, прибавляють 20 см³ концентрованої сірчаної кислоти і після охолодження розбавляють до 1 дм³ дистильованою водою. Титр розчину встановлюють для кожної серії визначень таким чином. Відбирають 25 см³ 0,25 н. розчину біхромату калію, розбавляють дистильованою водою приблизно до 250 см³, приливають 20 см³ концентрованої сірчаної кислоти, перемішують і після охолодження титрують розчином солі Мора, прибавивши 2-3 краплі розчину фероїну або 5 крапель розчину N-фенілантранілової кислоти [8].

- N-фенілантранілова кислота, індикатор. Розчиняють 0,25 г реактиву в 12 см³ 0,1 н. розчину їдкого натру і розбавляють дистильованою водою до 250 см³ [8].

Хід визначення

Сильно забруднені води розбавляють перед визначенням так, щоб на окиснення витрачалось не більше 50% прибавленого біхромату [8].

Відбирають 20 см³ проби (або менший її об'єм, доведений до 20 см³ дистильованою водою) і поміщають в конічну або круглодонну колбу для кип'ятіння. Прибавляють 10 см³ 0,25 н. розчину біхромату калію, 0,4 г сульфату срібла, скляні кульки. Суміш перемішують і обережно приливають до неї 30 см³ концентрованої сірчаної кислоти, після чого вставляють в колбу пришліфований зворотний холодильник і кип'ятять 2 години [8].

Потім охолоджують, від'єднують холодильник, приливають в колбу 100 см³ дистильованої води, суміш знову охолоджують, додають 5 крапель розчину N-фенілантранілової кислоти і титрують надлишок біхромату титрованим розчином солі Мора до зміни забарвлення індикатора від червонувато-синього до смарагдово-зеленого [8].

Паралельно проводять холостий дослід з 20 см³ дистильованої води.

Обробка результатів:

Біхроматну окисність (x) в мг O₂/ дм³ обчислюють за формулою [8]:

$$x = \frac{(a-b)k \cdot 0,25 \cdot 8 \cdot 1000}{V} = \frac{(a-b)k \cdot 2000}{V}, \quad (1.3)$$

де a – об'єм розчину солі Мора, витраченої на титрування проби, см³; b – об'єм розчину солі Мора, витраченої на холостий дослід, см³; k – поправочний коефіцієнт для приведення концентрації розчину солі Мора до точно 0,25 н.; V – об'єм проби, взятої для аналізу, см³; 8 – еквівалент кисню [8].

Прискорений метод визначення ХСК

Даний метод дозволяє визначити з точністю до 78-82% кількість органічних речовин в пробі у порівнянні з повним методом визначення. Використовується для щоденного аналізу, який проводиться на очисних спорудах. Результати визначення виходять дещо нижчі, тому рекомендується проводити аналіз і повним методом для знаходження коефіцієнта перерахунку. Потрібно враховувати, що різниця між методами особливо велика, коли проба містить важкоокиснювані речовини (аланін, бензол, оцтова кислота та ін.). Головна особливість методу – підвищена кількість сірчаної кислоти. Нагрівання зовні непотрібне, температура підвищується через тепло, що виділяється при змішування води та сірчаної кислоти [8].

Обладнання та матеріали:

- терези лабораторні аналітичні;
- дистилятор;
- плитки електричні;
- таймер;
- штативи лабораторні;
- зворотні холодильники;
- колби скляні термостійкі лабораторні місткістю 150, 250 см³;
- піпетки градуйовані місткістю 5, 10, 25 см³;
- бюретки місткістю 25 см³;
- скляний посуд та обладнання лабораторне;
- скляні кульки або шматочки пемзи;
- калій двохромовокислий. Розчиняють 12,258 г $K_2Cr_2O_7$ ч.д.а., висушеного протягом 2 годин при 105°C, в дистильованій воді і розбавляють при 20°C до 1 дм³ [8].

- кислота сірчана концентрована;
- срібло сірчаноокисле;
- амоній-залізо (II) сірчаноокислий (сіль Мора) 0,25 н. титрований розчин. Розчиняють 98 г $Fe(NH_4)_2(SO_4)_2 \cdot 6H_2O$ ч.д.а. в дистильованій воді, додають 20

см³ концентрованої сірчаної кислоти і після охолодження розбавляють до 1 дм³ дистильованою водою. Титр розчину встановлюють для кожної серії визначень таким чином: відбирають 25 см³ 0,25 н. розчину біхромату калію, розбавляють дистильованою водою до 250 см³, приливають 20 см³ концентрованої сірчаної кислоти, перемішують і після охолодження титрують розчином солі Мора, додавши 5 крапель розчину N-фенілантранілової кислоти до різкої зміни забарвлення (від червоного до смарагдово-зеленого) [8].

- N-фенілантранілова кислота. 0,25 г розчинити у 12 см³ розчину 0,1н NaOH і довести дистильованою водою до 250 см³ [8].

- калій фталевокислий кислий (для перевірки реактивів);
- вода дистильована.

Хід визначення

Для визначення використовують попередньо відстояну 2 години або профільтровану пробу (табл. 3) [8].

Таблиця 3. Розбавлення проб води при визначенні ХСК прискореним методом [8]

Межі ХСК у пробі, мгО ₂ /дм ³	Об'єм проби для аналізу, см ³
500-4000	1
50-500	5
вище 4000	попередньо розбавити
нижче 50	не використовується

До проби 1 см³ або 5 см³ додають 0,2 г сульфату срібла, 2,5 см³ розчину калію двохромовокислого і при перемішуванні сірчану кислоту (для 1 см³ проби - 7,5 см³ H₂SO₄; для 5 см³ – 15 см³ H₂SO₄). При цьому температура розчину піднімається вище 100°C. Через 2 хв. охолоджують розчин до кімнатної температури, доливають 100 см³ дистильованої води. Додають 5-7 крапель N-фенілантранілової кислоти (з'являється темно-червоне

забарвлення) і титрують надлишок калію двохромовоокислого титрованим розчином заліза (II) сірчаноокислого до зміни забарвлення (зелений колір). Як кінцеву точку титрування беруть першу різку зміну кольору [8].

Таким же чином обробляють холосту пробу з 5 см³ дистильованої води.

Обробка результатів:

Величину ХСК мгО₂/дм³ обчислюють за формулою [8]:

$$X = \frac{(a - b) \cdot k \cdot 1000 \cdot 8 \cdot T}{V}, \quad (1.4)$$

де a - об'єм титрованого розчину амоній-заліза (II) сірчаноокислого, витраченого на холосту пробу, см³; b - об'єм титрованого розчину амоній-заліза (II) сірчаноокислого, витраченого на титрування проби, см³; k - поправка до 0.25 н розчину амоній-заліза (II) сірчаноокислого, яка рівна значенню $\frac{25}{\text{титр розчину}}$; 8 – молярна маса еквіваленту кисню, г/моль; 1000 – коефіцієнт масового перерахунку з г в мг; T – молярна концентрація еквіваленту солі Мора, моль/дм³; V - об'єм проби, взятої для аналізу, см³ [8].

Контрольні запитання:

1. Як визначається біхроматна окисність води?
2. Які показники біхроматної окисності характерні для стічних вод?
3. Які реактиви використовують для визначення біхроматної окисності стічних вод?
4. Що визначає показник ХСК?

1.5 Лабораторна робота № 5. Визначення концентрації нітритів

Мета: визначення концентрації нітритів у стічних водах.

Теоретичні відомості

Для визначення нітритів в питних, поверхневих і стічних водах використовується колориметричний метод з сульфаніловою кислотою і α -нафтиламіном [6].

Метод ґрунтується на діазотуванні сульфанілової кислоти нітритами, присутніми в пробі, і реакції одержаної солі з α -нафтиламіном з утворенням червоно-фіолетового азобарвника. Інтенсивність забарвлення пропорційна концентрації нітритів. Перебіг реакції в значній мірі залежить від рН середовища [6].

Без розбавлення проби можна визначати візуально від 0,002 до 0,025 мг NO_2^- в 1 дм³; колориметрично, залежно від фотоколориметра, який використовується, - від 0,001 до 0,6 мг/дм³. Точність визначення - $\pm 0,002$ мг/дм³ [6].

Внаслідок нестійкості нітритів їх потрібно визначати відразу ж після відбору проби. Якщо це неможливо, пробу консервують додаванням концентрованої H_2SO_4 або 2-4 см³ хлороформу на 1 л. Можна також охолоджувати пробу до 3-4°C [9].

Результати визначення виражають в мг нітрит-іонів на 1 дм³, а при великих концентраціях – в мг-екв на 1 дм³ води; 1 мг NO_2^- = 0,02174 мг-екв NO_2^- ; 1 мг-екв NO_2^- = 46,005 мг NO_2^- .

Якісне визначення. До 10 см³ проби прибавляють 1 см³ розчину сульфанілової кислоти і 1 см³ розчину α -нафтиламіну (приготування див. нижче). В присутності нітритів з'являється рожеве або червоно-фіолетове забарвлення. Чутливість визначення складає близько 0,01 мг нітритів в 1 дм³ води [5].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- фотоелектроколориметр з зеленим світлофільтром ($\lambda=520$ нм);
- кювети з товщиною шару 1-5 см або набір циліндрів Неслера місткістю 50 см³;
- колби мірні місткістю 50 або 100 см³;
- циліндри мірні на 10 см³;
- піпетки на 1; 2; 20 і 50 см³;
- лійки хімічні;

- сульфанілова кислота. Розчиняють 6,0 г сульфанілової кислоти ч. д. а. в 750 см³ гарячої дистильованої води. До одержаного розчину прибавляють 250 см³ льодяної оцтової кислоти.

- α -нафтиламін. Розчиняють 1,2 г нафтиламіну ч. д. а. в дистильованій воді, прибавляють 50 см³ льодяної оцтової кислоти і доводять дистильованою водою до 200 см³. При утворенні муті розчин фільтрують через бавовняну тканину. промиту дистильованою водою. Розчин зберігається 2-3 місяці.

- Нітрит натрію, стандартний розчин. Розчиняють 0,1497 г NaNO₂ ч. д. а., висушеного при 105°C, в дистильованій воді (краще в стерилізованій) і доводять водою до 1 дм³. Розчин консервують додаванням 1 см³ хлороформу і зберігають в холодному місці; він стійкий протягом місяця. В 1 см³ цього розчину міститься 0,100 мг NO₂⁻ [9].

Робочий розчин I. Розбавляють 100 см³ основного розчину дистильованою водою до 1 дм³. Розчин повинен бути свіжоприготовлений. В 1 см³ цього розчину міститься 0,010 мг NO₂⁻ [9].

Робочий розчин II. Розбавляють 50 см³ робочого розчину I дистильованою водою до 1 дм³. Розчин повинен бути свіжоприготовлений. В 1 см³ цього розчину міститься 0,0005 мг NO₂⁻ [9].

Калібрувальна крива. Для побудови калібрувальної кривої беруть серію з шести або вісьми стандартних розчинів (відповідно до приладу, що використовується) з концентрацією нітрит-іонів у межах від 0 до 0,60 мг/дм³. Будують графік залежності оптичної густини від концентрації нітрит-іонів [9].

Шкала стандартів. При візуальному визначенні одночасно з пробою готують серію стандартних розчинів в циліндрах Неслера. В циліндри місткістю 50 см³ відмірюють піпеткою 0; 0,20; 0,50; 1,0; 1,5; 2,0 і 2,5 см³ стандартного робочого розчину II і об'єми доводять дистильованою водою до 50 см³. Далі чинять так же, як при аналізі проби. Серія стандартних

розчинів відповідає концентраціям 0,000; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; і 0,025 мг NO₂⁻ в 1 дм³ [9].

Хід визначення

Для визначення беруть 50 см³ або меншу кількість профільтрованої проби і доводять до 50 см³ дистильованою водою. Прибавляють 1 см³ розчину сульфанілової кислоти і суміш ретельно перемішують. Якщо проба мутна або забарвлена, визначають її оптичну густину і потім віднімають від оптичної густини проби. Після п'ятихвилинного стояння добавляють 1 см³ розчину α-нафтиламіну і суміш знову перемішують. Пробу колориметрують або порівнюють з серією стандартів, приготовлених в циліндрах Неслера, через 40 хвилин після прибавлення розчину α-нафтиламіну і за калібрувальною кривою знаходять вміст нітритів [9].

Обробка результатів

Вміст нітрит-іонів (x) в мг/дм³ або (y) в мг-екв/дм³ обчислюють за формулами [9]:

$$x = \frac{c \cdot 50}{V}; \quad (1.5)$$

$$y = \frac{c \cdot 50}{V \cdot 46} = \frac{c \cdot 1,087}{V}, \quad (1.6)$$

де c – концентрація нітрит-іонів, знайдена за калібрувальним графіком або за шкалою стандартів, мг/дм³; V – об'єм проби, взятої для визначення, см³; 50 – об'єм, до якого розбавлена проба, см³; 46 – еквівалент нітрит-іону [9].

Оформлення звіту. В звіті потрібно вказати отримані результати: побудований калібрувальний графік, результати визначення концентрації нітрит-іонів в досліджуваній воді. Навести фото проведення досліду на різних стадіях. Провести аналіз отриманих результатів і зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. Які реактиви та реакції використовуються при визначенні нітрит-іонів?
2. Чи токсичні нітрити у природних водоймах?

3. Як проводиться визначення концентрації нітрит-іонів у воді?
4. Яка реакція лежить в основі методу визначення нітрит-іонів?
5. Як проводиться якісне визначення нітрит-іонів?

1.6 Лабораторна робота № 6. Визначення концентрації нітратів

Мета: визначення концентрації нітратів у стічних водах.

Теоретичні відомості

Нітрати зустрічаються майже в усіх видах вод. В поверхневих і джерельних водах кількість їх звичайно незначна. Проте в деяких джерельних водах концентрація нітратів висока [7, 12].

Для аналізу питних, поверхневих і очищених стічних вод, які містять 0,5-50 мг/дм³ нітратів, найбільш доцільно застосувати *колориметричний метод* з фенолдисульфоною кислотою. Метод ґрунтується на реакції утворення жовтої сполуки в результаті реакції нітратів з фенолдисульфоною кислотою. Без розбавлення цим методом можна визначити від 0,5 до 50 мг NO₃⁻ в 1 дм³ води. Точність визначення - ±0,5 мг/дм³ [10].

Якщо проба не була оброблена в день відбору, її зберігають у холодильнику або консервують добавленням 1 см³ концентрованої сірчаної кислоти або 2-4 см³ хлороформу на 1 дм³ проби [10].

Результати визначень виражають в мг нітрат-іонів на 1 дм³ або мг-екв на 1 дм³ води; 1 мг-екв NO₃⁻ = 62,00 мг NO₃⁻; 1 мг NO₃⁻ = 0,01613 мг-екв NO₃⁻.

Якісне визначення. До 5 см³ концентрованої сірчаної кислоти в пробірці при постійному перемішуванні прибавляють по краплям 2 см³ досліджуваної води. Після цього вводять незначну кількість твердого бруцину (**Обережно - сильна отрута!**) і суміш знову перемішують. З'являється жовте або коричнево-червоне забарвлення, яке свідчить про присутність нітратів. Чутливість реакції - 1 мг NO₃⁻ в 1 дм³ і більше. Сірчана кислота, що використовується, не повинна містити нітратів [6].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- фотоелектроколориметр з фіолетовим (синім) світлофільтром ($\lambda = 410$ нм);

- кювети з товщиною шару 1-5 см;
- колби мірні місткістю 50, 100 см³;
- піпетки на 1; 2; 20; 50 і 100 см³;
- циліндри мірні на 10 см³;
- лійки хімічні;
- скляний фільтр;
- мішалка магнітна;
- фарфорові чашки;
- електроплитка;

- фенолдисульфонова кислота, розчин в сірчаній кислоті. Розчиняють 25 г фенолу ч. д. а. (препарат не повинен бути забарвленим) в 150 см³ концентрованої сірчаної кислоти. Прибавляють 75 см³ сірчаної кислоти, що димить (олеум з 15% SO₃), ретельно перемішують і нагрівають із зворотним холодильником протягом 2 годин на киплячій водяній бані [10].

- Аміак ч. д. а., концентрований розчин;
- їдкий калій, приблизно 12 н. розчин. Розчиняють 673 г КОН ч. д. а. в дистильованій воді і доводять до 1 дм³ [10].

- Комплексон III, аміачний розчин. Розтирають 50 г комплексону III з 20 см³ дистильованої води до одержання пасти, яку розчиняють в 50 см³ концентрованого розчину аміаку.

- Нітрат калію, стандартний розчин. Розчиняють 0,1631 г KNO₃ ч. д. а., висушеного при 105°C, в дистильованій воді, прибавляють 1 см³ хлороформу і доводять водою до 1 дм³; 1 дм³ містить 0,100 мг NO₃⁻ [10].

Калібрувальна крива. На водяній бані випарюють до сухого стану 50,0 см³ стандартного розчину. Сухий залишок розчиняють в 2,0 см³ кислого розчину фенолдисульфонової кислоти і доводять дистильованою водою до 100 см³ [10].

Для візуального колориметрування, яке проводиться в циліндрах Неслера, в декілька циліндрів ємністю 50 см³ відмірюють 0; 0,1; 0,3; 0,5; 0,7; 1,0; 2,0; 5,0; 10; 15; 20 і 30 см³ стандартного розчину (що відповідає 0; 0,1; 0,3; ...; 30 мг NO₃⁻ в 1 дм³), прибавляють 2,0 см³ розчину фенолдисульфонової кислоти і таку ж кількість розчину NH₄OH або KOH, яка прибавлялась до проби [10].

Об'єм розчину в циліндрах доводять дистильованою водою до мітки і перемішують. Приготовлені таким способом забарвлені стандарти для порівняння можуть зберігатись декілька тижнів без зміни забарвлення.

Для побудови калібрувального графіка вимірюють оптичні густини забарвлених стандартів, приготовлених, як вказано вище для візуального колориметрування. Від знайдених значень віднімають оптичну густину холостої проби. Будують графік залежності оптичної густини від концентрації нітрат-іонів.

Хід визначення

Прозору пробу об'ємом 100 см³ або менше з вмістом не більше 5 мг NO₃⁻ нейтралізують до рН 7, переливають в фарфорову чашку і випарюють на киплячій водяній бані до сухого стану. До сухого залишку прибавляють 2,0 см³ розчину фенолдисульфонової кислоти і розмішують скляною паличкою до повного розчинення. Суміш трохи нагрівають на водяній бані. Потім прибавляють 20 см³ дистильованої води і приливають при перемішуванні 6-7 см³ концентрованого розчину аміаку або 5-6 см³ 12 н. розчину їдкого калі. Якщо при цьому виділяються гідроокиси присутніх металів, їх видаляють фільтруванням через скляний фільтр або прибавляють по краплям аміачний розчин комплексону III до повного розчинення осаду. Фільтрат або прозорий розчин переносять в мірну колбу місткістю 50 або 100 см³, доводять дистильованою водою до мітки, і вміст колби перемішують. Забарвлений розчин колориметрують. Від знайденого значення віднімають оптичну густину холостого розчину (дистильована вода з реактивами) і за калібрувальним графіком знаходять вміст нітрат-іонів [10].

Обробка результатів

Вміст нітрат-іонів (x) в мг/дм³ або (y) в мг-екв/дм³ обчислюють за формулами [10]:

$$x = \frac{c \cdot V_2}{V_1}; \quad (1.7)$$

$$y = \frac{c \cdot V_2}{V_1 \cdot 62,0} = \frac{cV_2 \cdot 0,01613}{V_1}, \quad (1.8)$$

де c – концентрація нітрат-іонів, знайдена за калібрувальним графіком або за шкалою стандартів, мг/дм³; V_1 – об'єм проби, взятої для визначення, см³; V_2 – об'єм забарвленої проби, см³ (50 або 100 см³); 62,0 – еквівалент NO₃⁻ [10].

Оформлення звіту. В звіті потрібно вказати отримані результати: побудований калібрувальний графік, результати визначення концентрації нітрат-іонів в досліджуваній воді. Навести фото проведення досліду на різних стадіях. Провести аналіз отриманих результатів і зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. Які реактиви використовуються при визначенні нітратів?
2. Вкажіть заважаючі речовини при визначенні нітратів у стічних водах.
3. Опишіть якісне визначення нітрат-іонів у воді?
4. Який хід виконання роботи?
5. Як консервують проби води на аналіз нітрат-іонів?

1.7 Лабораторна робота № 7. Визначення ортофосфатів

Мета: визначення концентрації ортофосфатів у природних та стічних водах.

Теоретичні відомості

У стічних водах, як і в природних водах, фосфор може бути присутнім у різних видах - у вигляді ортофосфорної кислоти та її іонів (H₃PO₄, H₂PO₄⁻, HPO₄²⁻, PO₄³⁻), мета-, піро- і поліфосфатів (ці речовини використовують для попередження утворення накипу, вони входять до складу багатьох миючих

засобів в суміші із синтетичними поверхнево-активними речовинами) і у вигляді різноманітних фосфоровмісних органічних сполук (нуклеїнові кислоти, нуклеопротейди, фосфоліпіди та ін.) [7, 12].

У стічній воді фосфор може бути присутнім у твердій фазі у вигляді різних важкорозчинних фосфатів, включаючи природні мінерали, і у вигляді фосфоровмісних органічних речовин.

Всі види фосфору треба визначати по можливості безпосередньо після відбору проби. Частину проби фільтрують, бажано через найщільніший мембранний фільтр, в крайньому випадку через щільний паперовий фільтр, і у фільтраті визначають вміст розчинних форм фосфору. Іншу частину проби гомогенізують і знаходять у ній сумарний вміст усіх форм фосфору - «загальний фосфор». У деяких випадках, особливо при великому вмісті органічних речовин, знаходять «загальний фосфор» у профільтрованій частині проби [5].

Біохімічні процеси в пробі можна призупинити додаванням 2-4 см³ хлороформу на 1 дм³ проби. Консервування проби підкисленням неприпустимо [5].

Суть методу

При взаємодії ортофосфат-іонів з молібдатом в кислому середовищі утворюється жовта гетерополікислота, яка при додаванні сурмяновиннокислового калію, аскорбінової кислоти переходить в інтенсивно забарвлену синю сполуку. Були запропоновані різні відновники, але з них найбільш стійкі, постійні за складом продукти реакції дає лише аскорбінова кислота. Однак, відновлення аскорбіновою кислотою, порівняно слабким відновником, відбувається тільки при підвищеній температурі, тобто в умовах, коли поліфосфати й органічні ефіри фосфорної кислоти гідролізують з утворенням ортофосфорної кислоти, тому результати виходять підвищеними. Введення в розчин солі сурми призводить до утворення більш складної сполуки, до складу якої входить сурма у співвідношенні Sb:P = 1:1. Реакція тоді проходить швидко і при кімнатній температурі, підвищується

інтенсивність забарвлення, а поліфосфати і складні ефіри фосфорної кислоти в цих умовах в реакцію не вступають, результати показують лише вміст ортофосфат-іонів в пробі. Ортофосфати після реакції з молібдатом в середовищі сірчаної кислоти, в присутності іонів тривалентної сурми і після відновлення аскорбіновою кислотою дають синє забарвлення, що створює можливість їх виміряти [5].

Методика встановлює алгоритм кількісного визначення фосфатів у стічних водах у діапазоні вмісту 2 - 5 мг/дм³ у перерахуванні на P₂O₅.

Методика є обов'язковою для аналітичної служби органів державного контролю за рівнем забруднення та станом навколишнього природного середовища.

Заважаючі речовини. Сильнокислі та сильнолужні проби попередньо нейтралізують. Визначенню заважають сульфіді й сірководень у концентраціях, що перевищують 3 мг/дм³ S²⁻. Заважаючий вплив можна усунути, додаючи кілька міліграмів KMnO₄ на 100 см³ проби і струшуючи 1-2 хв; розчин повинен залишатися рожевим. Потім додають необхідні для визначення реактиви, але у зворотному порядку: спочатку доливають розчин аскорбінової кислоти, перемішують і вливають розчин молібдату. У пропонованому варіанті методу такий змінений порядок додавання реактивів на результаті не відбивається [5].

Визначенню заважають також хромати у концентраціях, що перевищують 2 мг/дм³ CrO₄²⁻. Їх вплив також усувається додаванням реактивів у зворотному порядку, як у попередньому випадку. Заважають визначенню арсенати. Зазвичай у природних водах арсенати відсутні або знаходяться в кількостях, значно менших, ніж фосфати, і їх вмістом можна знехтувати. В іншому випадку треба визначати вміст арсенатів окремо і віднімати отримане значення з результату визначення фосфатів. Нітрити заважають визначенню, їх вплив усувають сульфаміновою кислотою. При великому вмісті заліза слід додавати еквівалентну кількість ЕДТА [5].

В даній лабораторній роботі визначення фосфатів основане на тому, що у розведеному розчині фосфатів молібдат амонію реагує в кислому середовищі з утворенням молібденофосфорної кислоти, яка відновлюється сурмою (Stibium) до інтенсивно забарвленого комплексу блакитного кольору [5].

Методика застосовується для стічних вод, які містять не більше 20 мг/дм³ SiO₂ та 50 мг/дм³ заліза (III).

Обладнання, реактиви, матеріали:

- спектрофотометр та кювети;
- терези лабораторні аналітичні;
- дистилятор;
- таймер або годинник пісковий;
- колби мірні ємністю 100, 500, 1000 см³;
- піпетки мірні градуйовані ємністю 2, 5, 10, 25 см³;
- циліндри мірні ємністю 25, 50, 100 см³;
- фільтри паперові знезолені «синя стрічка»;
- стандартний зразок з атестованим вмістом фосфат-іонів;
- сірчана кислота;
- амоній молібденовокислий;
- аскорбінова кислота – фармакоп.;
- калій сурмяновиннокислий – за ТУ 6-09-08;
- вода дистильована [5].

Реактиви:

1. Основний розчин фосфорнокислого калію - 0,2086 г KН₂PO₄ розчиняють у дистильованій воді і доводять об'єм розчину до 1 дм³; 1 см³ розчину відповідає 0,1 мг P₂O₅ [5].
2. Стандартний розчин KН₂PO₄ отримують з основного розбавленням точно в 10 разів; 1 см³ містить 0,01 мг P₂O₅ [5].
3. Змішаний реактив готується безпосередньо перед проведенням визначення концентрації фосфатів [5].

Усі розчини (крім розчину сірчаної кислоти) зберігаються у холодильнику.

Приготування реактивів:

1. Розчин сірчаної кислоти готують шляхом додавання 70 см³ концентрованої сірчаної кислоти до 400 см³ води, перемішують, а потім після охолодження доводять до 500 см³.
2. Розчин аскорбінової кислоти: 2,68 г аскорбінової кислоти розчиняють в 100 см³ дистильованої води.
3. Розчин молібденовокислого амонію: 3 г молібденовокислого амонію розчиняють у 100 см³ дистильованої води.
4. Розчин сурмяновиннокислого калію: 0,048 г калій сурмяновиннокислого розчиняють у 100 см³ дистильованої води [5].

Хід визначення

Побудова градуувального графіка [5]:

1. Готують серію з 5-8 розчинів для градування з різною концентрацією фосфат-іонів для чого послідовно відбирають визначений об'єм робочого розчину у 100 см³ мірні колби, додають трохи дистильованої води і перемішують.
2. Змішаний розчин готують шляхом додавання 25 см³ сірчаної кислоти (1), 10 см³ аскорбінової кислоти, 10 см³ розчину молібденовокислого амонію (3) та 5 см³ калій сурмяновиннокислого (4).
3. У кожну колбу по черзі додають 5 см³ змішаного реактиву, додають дистильовану воду до 100 см³, перемішують.
4. Через 15 хвилин визначають оптичну густину на спектрофотометрі при $\lambda = 690$ нм. Оптичну густину розчинів вимірюють у кюветах з товщиною шару 5 см, віднімаючи оптичну густину холостого визначення.

Дослідження зразків води

Пробу об'ємом 50 ± 1 см³ фільтрують через паперовий фільтр «синя стрічка», далі діють згідно п. 3. та п. 4 [5].

Будують калібрувальну криву. Розраховують вміст фосфатів С, мг/дм³. Результати округлюють до десятих часток міліграма.

Оформлення звіту. В звіті потрібно вказати отримані результати: побудований калібрувальний графік, результати визначення концентрації фосфатів в досліджуваній воді. Навести фото проведення досліду на різних стадіях. Провести аналіз отриманих результатів і зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. У яких формах присутній фосфор у воді?
2. Яке значення довжини хвилі для визначення фосфатів у стічних водах?
3. На чому базується метод визначення фосфатів?
4. Які речовини є заважаючими при визначенні фосфатів у стічних водах?
5. Як можна законсервувати пробу?
6. Чи відіграє роль послідовність внесення компонентів при приготуванні змішаного реактиву?

1.8 Лабораторна робота № 8. Визначення мулового індексу активного мулу

Мета: визначення мулового індексу активного мулу.

Теоретичні відомості

Муловий індекс характеризує здатність активного мулу до осадження та ущільнення [3].

Якісний активний мул здатний швидко осідати. Таку здатність оцінюють муловим індексом, см³/г, що являє собою об'єм активного мулу в см³ після відстоювання протягом 30 хв, віднесений до 1 г сухої речовини мулу [1, 3].

Активний мул, що добре осідає, має індекс від 60–90 до 120–150 см³/г. Муловий індекс при нормальному стані активного мулу для міських стічних вод не перевищує 130 см³/г. Якщо його значення вище, то відстоювання мулової суміші у вторинних відстійниках відбувається повільно і відбувається значний винос мулу з очищеною водою. Це може призвести до зменшення кількості активного мулу в аеротенках і порушення процесів очищення. Перевантаження або недовантаження активного мулу призводить до різкого збільшення мулового індексу [3].

Муловий індекс показує, який об'єм займає біоценоз активного мулу у стані спокою. Для добре працюючих аеротенків на міських очисних спорудах муловий індекс становить - 80-120 см³/г, глибоко мінералізований мул може мати індекс 60-90 см³/г. При «спуханні» активного мулу його муловий індекс перевищує 150-200 см³/г. Такий мул погано осідає і відділяється від води у вторинних відстійниках, виноситься з очищеною водою, внаслідок чого зменшується загальний ефект очистки в аеротенку [3].

Муловий індекс залежить від багатьох чинників: навантаження на активний мул; достатньої кількості біогенних елементів (передусім фосфору); достатності розчиненого кисню в муловій суміші; наявності в стічних водах токсичних речовин, що можуть призвести до загибелі частини активного мулу; наявності в стічних водах легкоокислюваних органічних речовин (цукор, глюкоза, спирт) [4].

Одним із важливих технологічних параметрів роботи аеротенків є доза активного мулу – маса сухої речовини активного мулу в одиниці об'єму його суміші зі стічною водою, г/дм³. Залежить від навантаження на мул і становить у середньому 2–5 г/дм³ [3].

Обладнання, реактиви, матеріали:

- циліндри мірні місткістю 500 см³;
- колби мірні місткістю 0,1; 0,25; 0,5 дм³;
- лійки хімічні;

- паперові фільтри для кількісного визначення (біла стрічка). Фільтр висушують приблизно 1 годину при 105°C до постійної маси і зважують.
- бюкси;
- ексикатор;
- сушильна шафа (105°C);
- терези [5].

Хід визначення

Визначення дози мулу за об'ємом

Пробу активного мулу об'ємом 500 см³ вносять в циліндр місткістю 500 см³, об'єм доводять до мітки водою і вміст 3 рази перемішують рукою круговими рухами. Потім циліндр ставлять на рівну поверхню столу, включають секундомір і через кожні 3 хв відзначають обсяг в см³, займаний осідаючої масою активного мулу. Через 30 хв відстоювання записують остаточне значення дози мулу за об'ємом (y см³). Результат округлюють до цілих [5].

На підставі отриманих даних побудувати криву, що характеризує динаміку осідання активного мулу $V = f(t)$.

Формула для розрахунку дози мулу за об'ємом (V), см³/дм³ (перерахунок на 1 дм³) [5]:

$$V = V_1 \cdot 1000 / V_2, \quad (1.9)$$

де V_1 - об'єм мулу, що осів за 30 хв відстоювання, см³; V_2 - об'єм мулової суміші, взятої для аналізу, см³.

Визначення дози мулу за масою

Фільтр «біла стрічка» складають вчетверо, поміщають в бюкс. Бюкс з фільтром і кришку від нього сушать у сушильній шафі при температурі 105°C до постійної маси. Потім щипцями обережно переносять бюкс в ексикатор. Охолоджують до кімнатної температури і зважують разом з кришкою. Фільтр поміщають у воронку, вставлену в конічну колбу. Мірним циліндром відміряють 50 см³ мулової суміші і фільтрують. Циліндр

обполіскують дистильованою водою, яку теж переносять на фільтр. Фільтр з осадом поміщають у сушильну шафу при температурі 105°C (склавши його у відкритий бюкс). Кришку від бюкса кладуть поруч і висушують до постійної маси. Не виймаючи бюкса з шафи, закривають його кришкою і переносять в ексикатор щипцями. Після охолодження бюкс з фільтром і осадом зважують [5].

Формула для розрахунку дози мулу по масі (a), г/дм³ (перерахунок на 1 дм³) [5]:

$$a = (a_2 - a_1) \cdot 1000 / V_1, \quad (1.10)$$

де a_2 - маса бюкса з осадом на фільтрі, г; a_1 - маса бюкса з чистим висушеним фільтром, г; V_1 - об'єм проби мулової суміші, взятої для аналізу, см³.

Формула для розрахунку мулового індексу (I), см³/г [5]:

$$I = V / a, \quad (1.11)$$

де V - доза мулу за об'ємом, см³/дм³; a - доза мулу за масою, г/дм³.

Оформлення звіту. Отримані результати оформити та проаналізувати якість досліджуваного активного мулу. Зробити висновки.

Контрольні запитання:

1. Що таке муловий індекс?
2. Що таке доза активного мулу?
3. Яке значення мулового індексу свідчить про задовільну роботу аеротенка?
4. На чому базується метод визначення мулового індексу?
5. Як визначити дозу активного мулу за об'ємом?

2. ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ ТА ОХОРОНА ПРАЦІ ПРИ РОБОТІ В ЛАБОРАТОРІЇ

2.1. Загальні вимоги охорони праці при роботі в лабораторії

До роботи в лабораторії допускаються особи, які пройшли вступний інструктаж з техніки безпеки та охорони праці в лабораторії. Проходження інструктажу є обов'язковим для всіх студентів, які виконують лабораторні роботи, передбачені навчальним планом. Перед виконанням студентами нових видів робіт, перед роботою з новими приладами або новими (особливо небезпечними) речовинами, а також у разі порушення студентами правил техніки безпеки проводиться позаплановий інструктаж. Проведення всіх видів інструктажу реєструється в журналі [13].

Розпорядженням по лабораторії призначаються відповідальні за дотриманням правил техніки безпеки в кожному робочому приміщенні, правильне зберігання легкозаймистих, вибухонебезпечних і отруйних речовин, санітарний стан приміщень, забезпеченість засобами індивідуального захисту та аптечками першої допомоги з необхідним набором медикаментів. Проведення вступного інструктажу, контроль виконання правил техніки безпеки у всій лабораторії і ведення журналу інструктажу здійснює призначена завідуючим лабораторією посадова особа [13].

2.2. Засоби індивідуального захисту

Під час роботи в лабораторії необхідно одягати халат з бавовняної тканини. При виконанні робіт, пов'язаних з виділенням отруйних газів і пилу, для захисту органів дихання слід застосовувати респіратори або інші засоби захисту. При роботі з їдкими й отруйними речовинами додатково застосовують фартухи, засоби індивідуального захисту очей і рук. Для захисту рук від дії кислот, лугів, солей, розчинників застосовують спеціальні гумові рукавички. На рукавичках не повинно бути порізів, проколів та інших пошкоджень. Для захисту рук від дії високих температур слід

використовувати бавовняні або інші термостійкі захисні рукавички. Для захисту очей застосовують окуляри різних типів, щитки, маски [13].

2.3. Правила пожежної безпеки в лабораторії

Всі приміщення лабораторії повинні відповідати вимогам пожежної безпеки та мати засоби пожежогасіння. Лабораторія повинна бути обладнана пожежними кранами (не менше одного на поверх) з пожежними рукавами. У кожному робочому приміщенні повинні бути наявні вогнегасники. У приміщенні лабораторії на видному місці повинен бути розміщений план евакуації співробітників у разі виникнення пожежі. Всі, хто працює в лабораторії, повинні знати правила поводження з вогне- та вибухонебезпечними речовинами, газовими приладами, а також повинні вміти користуватися протигазом, вогнегасником та іншими засобами пожежогасіння, наявними в лабораторії [13].

У приміщеннях лабораторії і в безпосередній близькості від них (в коридорах, під сходами) забороняється зберігати горючі матеріали і встановлювати предмети, які загороджують проходи і доступ до засобів пожежогасіння. Без дозволу завідувача лабораторією та особи, відповідальної за протипожежні заходи, забороняється установка лабораторних і нагрівальних приладів, їх використання та монтаж електропроводки. Всі нагрівальні прилади повинні бути встановлені на термоізолюючих підставках. Забороняється експлуатація несправних лабораторних і нагрівальних приладів. Після закінчення роботи необхідно відключити електроенергію, газ та воду у всіх приміщеннях [13].

Особа, що працює в лабораторії, яка помітила пожежу, задимлення або інші ознаки пожежі зобов'язана: негайно сповістити пожежну службу по телефону; довести до відома завідувача лабораторією, який, в свою чергу, повинен сповістити співробітників та студентів, вжити заходів для їх евакуації та ліквідації пожежі; прийняти заходи щодо обмеження поширення

вогню та ліквідації пожежі [13].

2.4. Правила електробезпеки в лабораторії

Всі приміщення лабораторії повинні відповідати вимогам електробезпеки при роботі з електроустановками. Все електрообладнання з напругою понад 36 В, а також обладнання та механізми, які можуть виявитися під напругою, повинні бути надійно заземлені. Для відключення електромереж на вводах повинні бути рубильники або інші доступні пристрої. Відключення всієї мережі, за винятком чергового освітлення проводиться загальним рубильником [13].

З метою запобігання електротравматизму забороняється:

- працювати на несправних електричних приладах і установках;
- перенавантажувати електромережу;
- переносити і залишати без нагляду ввімкнені електроприлади;
- працювати поблизу відкритих частин електроустановок, торкатися них;
- загромаджувати прохід до електричного пристрою [13].

Про всі виявлені дефекти в ізоляції проводів, несправності рубильників, штепсельних вилок, розеток, а також заземлення та огорожень слід негайно повідомити викладача. У разі перерви в подачі електроенергії електроприлади повинні бути негайно вимкнені. Забороняється використання в межах одного робочого місця електроприладів класу «0». Категорично забороняється торкатися до корпусу пошкодженого приладу або струмопровідних частин з порушеною ізоляцією і одночасно до заземленого обладнання (інший прилад зі справним заземленням, водопровідні труби, опалювальні батареї), або торкатися до ушкодженого приладу, стоячи на вологій підлозі [13].

У разі ураження електричним струмом необхідно якомога швидше звільнити потерпілого від дії електричного струму, відключивши електроприлад, якого торкається потерпілий. Відключення проводиться за

допомогою вимикача або рубильника. При неможливості швидкого відключення електроприладу необхідно звільнити потерпілого від струмопровідних частин дерев'яним або іншим предметом, який не проводить струм. У всіх випадках ураження електричним струмом необхідно викликати лікаря [13].

2.5. Правила зберігання реактивів

Лабораторні запаси реактивів повинні зберігатися в спеціально обладнаних, добре вентильованих, сухих місцях, згідно з правилами безпеки. При розміщенні реактивів в лабораторії слід неухильно дотримуватися порядку сумісного зберігання горючих і вибухонебезпечних речовин. Гігроскопічні речовини й речовини, що окиснюються при контакті з повітрям, повинні зберігатися в герметичній тарі. Для герметизації корків використовують парафін. Відпрацьовані реактиви необхідно зливати в окремі ємності для подальшої переробки або передачі в організацію, що займається утилізацією хімічних речовин [13].

Зливати концентровані кислоти, луги, отруйні й горючі речовини в каналізацію забороняється!

У робочих приміщеннях допускається зберігати нелеткі, не пожежонебезпечні й малотоксичні тверді речовини і водні розчини, розбавлені кислоти і луги, в кількостях, необхідних для аналізів. Концентровані кислоти в обсязі не більше 2 дм³ зберігаються в скляному посуді з притертими скляними кришками або пластмасовими корками в ексикаторі або скляній ємності з кришкою в витяжній шафі. Для кращої герметичності надягають гумові ковпачки. Концентровані розчини лугів зберігають у витяжній шафі, окремо від кислот, в поліетиленовій тарі. Разом з лугами зберігається аміак [13].

Зберігання легкозаймистих рідин (ЛЗР) допускається в товстостінних, забезпечених герметичними корками бутлях, ємністю не більше 1 дм³, особливо небезпечні ЛЗР – в обсязі не більше добової потреби. Бутлі з ЛЗР

поміщають в спеціальні металеві ящики далеко від джерел тепла й окиснювачів (хлоратів, нітратів, азотної кислоти, перекису водню, перманганатів). Органічні речовини з різким запахом (піридин, ізоаміловий спирт і ін.) зберігаються в тарі, з добре закритими корками та гумовими ковпачками. Металева ртуть та інші отруйні речовини зберігаються в шафах, що замикаються (сейфах), в суворій відповідності з інструкціями по їх зберіганню. Їдкі речовини (залізо трихлористе, йод, триетаноламін, валеріанова, пропіонова та ін. органічні кислоти), зберігаються в скляному посуді з корками в металевому ящику під витяжною шафою. Для кращої герметичності на корки надягають гумові ковпачки [13].

До пожежонебезпечних відносяться вогнебезпечні, самозаймисті і вибухонебезпечні речовини. Запаси пожежонебезпечних реактивів повинні зберігатися в ізольованих, добре вентильованих приміщеннях або в спеціальних шафах. Заборонено зберігати пожежонебезпечні реактиви поруч з опалювальними приладами і в місцях, де вони підлягають дії прямих променів сонця. Гасити пожежі водою і повітряно-механічною піною неприпустимо! У місцях зберігання пожежонебезпечних реактивів заборонено розміщувати сторонні предмети й меблі, які перешкоджають доступу до засобів пожежогасіння. Зберігання пожежонебезпечних речовин допускається в строго відповідній тарі, яка має етикетки з точним найменуванням речовини і написом «Вогнебезпечно» («Вибухонебезпечно»). Спільне зберігання в одному приміщенні самозаймистих, вогнебезпечних та вибухонебезпечних речовин не допускається. При відсутності окремих приміщень допускається зберігання невеликих кількостей (10 - 15 г) вищеназваних речовин в одному приміщенні, але в окремих, щільно закритих залізних шафах. Забороняється також спільно зберігати речовин, які здатні при своїй взаємодії викликати утворення полум'я або виділяти велику кількість тепла [13].

2.6. Правила роботи з хімічними речовинами

При роботі в хімічній лабораторії необхідно дотримуватися вимог техніки безпеки. При роботі з хімічними реактивами в лабораторії має знаходитися не менше двох осіб. **Виконання робіт в лабораторії студентами без супроводу викладача або інженера заборонено!** Приступаючи до роботи, потрібно оглянути і привести в порядок своє робоче місце, звільнити його від непотрібних для роботи предметів. Перед роботою необхідно перевірити справність обладнання, рубильників, наявність заземлення та ін. Робота з їдкими й отруйними речовинами, а також з органічними розчинниками проводиться тільки в витяжних шафах. Забороняється набирати реактиви в піпетки ротом, для цієї мети слід використовувати гумову грушу або інші пристрої [13].

При визначенні запаху хімічних речовин слід нюхати обережно, направляючи до себе пари або газу рухом руки. Роботи, при яких можливе підвищення тиску, перегрів скляного приладу або його поломка з розбризкуванням гарячих або їдких продуктів, також виконуються в витяжних шафах. Виконавець роботи повинен надіти захисні окуляри (маску), рукавички і фартух. Під час виконання робіт у витяжній шафі ступки шафи слід піднімати на висоту не більше 20 – 30 см так, щоб в шафі знаходилися тільки руки, а спостереження за ходом процесу вести через скло шафи. При роботі з хімічними реактивами необхідно вмикати і вимикати витяжну вентиляцію не менше ніж за 30 хвилин до початку, і після закінчення робіт [13].

Змішування або розведення хімічних речовин, що супроводжується виділенням тепла, слід проводити в термостійкому або порцеляновому посуді. При упарюванні в стаканах розчинів слід ретельно перемішувати їх, так як нижні й верхні шари розчинів мають різну щільність, внаслідок чого може статися викидання рідини. Щоб уникнути опіків, уражень від бризок і випарів не можна нахилитися над посудом, в якому відбувається кипіння чи нагрівання рідини. Нагрівати посуд зі звичайного скла на відкритому вогні

без азбестованої сітки заборонено. При нагріванні рідини в пробірці тримати її слід отвором в сторону від себе і від інших. За жодних обставин не можна допускати нагрівання рідин в колбах або приладах, що не сполучаються з атмосферою. Нагріту посудину не можна закривати притертим корком доти, поки вона не охолоне до температури навколишнього середовища [13].

Робота з концентрованими кислотами й лугами проводиться тільки в витяжній шафі і з використанням захисних засобів (рукавичок, окулярів). При роботі з димами азотної кислоти з питомою густиною 1,51 – 1,52 г/см³, а також з олеумом слід надягати також гумовий фартух. Концентровані азотна, сірчана, соляна кислоти повинні зберігатися у витяжній шафі в скляному посуді ємністю не більше 2 дм³. У місцях зберігання кислот неприпустимо зберігати легкозаймисті речовини. Розбавлені розчини кислот (за винятком плавикової) також зберігають в скляному посуді, а лугів – в поліетиленовій тарі. Для приготування розчинів сірчаної, азотної та інших кислот їх необхідно доливати у воду тонким струменем при безперервному помішуванні. Для цього використовують термостійкий посуд, так як процес розчинення супроводжується сильним розігріванням [13].

Доливати воду в кислоти забороняється!

У разі попадання кислоти на шкіру уражене місце слід негайно промити протягом 10 – 15 хвилин струменем води, а потім нейтралізувати 2 – 5% розчином гідрокарбонату натрію. Пролиту кислоту слід засипати піском. Після прибирання піску місце, де була розлита кислота, посипають вапном або содою, а потім промивають водою [13].

До роботи з ЛЗР і іншими пожежонебезпечними речовинами допускаються особи, які вивчили інструкції з техніки пожежної безпеки та пройшли відповідний інструктаж. Перед роботою з ЛЗР слід перевірити наявність і підготувати до використання первинні засоби пожежогасіння. Забороняється проводити будь-які роботи з ЛЗР поза витяжною шафою! Перегонку і нагрівання низькокип'ячих легкозаймистих рідин слід проводити в круглдонних колбах, встановлених на банях, заповнених відповідним

теплоносієм (вода, масло, пісок). Для нагрівання бань слід користуватися електроплитками тільки з закритими нагрівальними елементами. При перегонці ЛЗР слід постійно стежити за роботою холодильника [13].

Забороняється нагрівати на водяних банях речовини, які можуть вступати в реакцію з водою з вибухом або виділенням газів. Лабораторні установки, в яких проводилося нагрівання ЛЗР, дозволяється розбирати тільки після охолодження їх до кімнатної температури. У разі витoku або займання ЛЗР слід вимкнути всі електронагрівальні прилади, а при необхідності знеструмити лабораторію відключенням загального рубильника. Місце витoku ЛЗР слід засипати сухим піском, а потім зібрати його дерев'яним або пластиковим совком. Застосування металевих совків забороняється. Необхідно суворо стежити за тим, щоб ємності з ЛЗР не опинилися поруч з нагрітими предметами і не освітлювалися прямими сонячними променями, тому що всередині герметично закритої ємності створюється тиск, що може викликати руйнування скляної пляшки. При заповненні скляних пляшок ЛЗР «під корок» при підвищенні температури на 5 – 10 °С може відбутися руйнування бутля. Для запобігання цьому ЛЗР не доливають в бутлі приблизно на 10 см³ [13].

Перекисні сполуки вимагають такої ж обережності в поводженні, як і інші пожежонебезпечні речовини. У процесі роботи з ними неприпустимо розігрівання перекисів вище температури їх розкладання. Обов'язковою умовою роботи з перекисними сполуками є дотримання чистоти робочого місця, приладів і посуду. Для гасіння органічних перекисів слід застосовувати воду, для неорганічних – сухий пісок, порошкові суміші і вуглекислотні вогнегасники [13].

Всі сухі реактиви необхідно брати порцеляновими ложками, шпателями. Брати реактиви незахищеними руками забороняється! При зважуванні твердих речовин завжди треба користуватися тарою. Неприпустимо насипати речовини безпосередньо на чашку терезів. Роботи з отруйними та шкідливими твердими речовинами слід проводити тільки у витяжній шафі і з

усіма запобіжними заходами. Необхідно проявляти обережність при змішуванні твердих речовин (особливо органічних), тому що утворюється пил, який може бути вибухонебезпечним. Забороняється змішувати сухі реактиви поблизу увімкнених електронагрівальних приладів. Роботу з порошкоподібними речовинами для запобігання їх розпилення потрібно проводити в таких місцях, де немає протягів або сильного руху повітря. Випадково розсипаний реактив не можна висипати назад в ту ж банку, де він зберігається [13].

Роботи з лужними металами слід проводити в витяжній шафі на чистому і сухому місці, застосовуючи мінімальні їх кількості і користуючись захисними окулярами та гумовими рукавичками. Щоб уникнути займання лужних металів, не можна допускати попадання на них води. З пожежонебезпечними реактивами слід працювати далеко від вогню і увімкнених нагрівальних приладах [13].

Роботу з отруйними газоподібними речовинами проводять обов'язково у витяжній шафі. Перед роботою необхідно перевірити силу тяги у витяжній шафі. При поганій або недостатній тязі працювати з отруйними газоподібними речовинами заборонено. Під час виконання робіт з отруйними газоподібними речовинами необхідно мати наготові протигаз [13].

2.7. Перша допомога при нещасних випадках в лабораторії

Про нещасний випадок потерпілий або очевидець зобов'язаний негайно повідомити завідувача лабораторії. Очевидець повинен організувати першу допомогу потерпілому і викликати лікаря.

При роботі в хімічній лабораторії найбільш вірогідні наступні види уражень: отруєння, поранення, опіки, втрата свідомості.

При пораненнях (неглибокі порізи) необхідно, в першу чергу, видалити з рани уламки, зупинити кровотечу, промити рану 2%-им розчином перманганату калію, спиртом (або іншим антисептичним засобом) і забинтувати. У разі забруднення рани її слід обробити перексидом водню.

При сильній кровотечі з рани на кінцівку вище рани необхідно накласти тиснучу пов'язку. Кровотечу з ран на інших частинах тіла зупиняє туге перев'язування рани стерильною марлею. При сильній кровотечі необхідно викликати лікаря [13].

Опіки поділяють на термічні і хімічні. Причиною термічних опіків можуть бути дотик незахищеними руками до розпечених або сильно нагрітих предметів, лабораторного обладнання, займання легкозаймистих або горючих рідин чи твердих речовин. Хімічні опіки виникають у разі дії на шкіру різних хімічних речовин, головним чином кислот і лугів. Перша допомога при опіках як термічного, так і хімічного походження полягає у промиванні ураженого місця великою кількістю прохолодної води. При цьому метою промивання термічного опіку є охолодження місця опіку. Використовувати лід для охолодження обпечених ділянок шкіри заборонено. При опіках третього і четвертого ступеня необхідно обов'язково звернутися до лікаря. При хімічних опіках уражене місце спочатку необхідно промити великою кількістю води, після чого – слабким розчином соди (при опіках кислотами) або лимонної чи оцтової кислоти (при опіках лугами) [13].

Перша допомога при втраті свідомості:

Укладіть потерпілого на рівну поверхню (на підлогу, лаву, стіл) так, щоб голова була нижче тулуба, а ноги – вище. Це забезпечить приплив крові до голови. Якщо немає можливості укласти людину, посадіть її на стілець або хоча б на підлогу, нахиливши його голову якнайнижче, щоб плечі торкалися колін. Забезпечте доступ свіжого повітря (відкрийте вікно, якщо потерпілий знаходиться в приміщенні). Поверніть голову потерпілого набік, щоб блювотні маси не потрапили в дихальні шляхи. Звільніть від одягу, який стискає дихальні шляхи (комір, пояс). Перевірте пульс. Якщо він відсутній або слабо відчувається, відразу ж викликайте «швидку»! Можна окропити обличчя прохолодною водою або протерти рушником, змоченим у холодній воді. Якщо, незважаючи на всі вжиті заходи, людина не приходить до тями більше 5 хвилин, викликайте «швидку допомогу»! [13].

ПЕРЕЛІК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Саблій Л.А. Фізико-хімічне та біологічне очищення висококонцентрованих стічних вод: Монографія. - Рівне: НУВГП, 2013. – 292 с.
2. Кононцев С.В., Саблій Л.А., Гроховська Ю.Р. Екологічна біотехнологія очищення стічних вод та культивування кормових організмів: Монографія. – Рівне: НУВГП, 2011. – 151 с.
3. Обладнання та проектування в біоенергетиці та водоочищенні та управління безпекою праці / Саблій Л.А., Бунчак О.М., Жукова В.С., Россінський В.М. // Підручник для студ. ВНЗ спец. «Біотехнології та біоінженерія» рекомендовано Вченою радою НТУУ «КПІ» / Під ред. Л.А. Саблій – Рівне: НУВГП, 2016 - 356 с.
4. Обладнання та проектування в біоенергетиці та водоочищенні та управління безпекою праці / Саблій Л.А., Бунчак О.М., Жукова В.С., Кононцев С.В. // Підручник для студ. ВНЗ спец. «Біотехнології та біоінженерія», рекомендовано Вченою радою КПІ ім. Ігоря Сікорського / Під ред. Л.А. Саблій - 2-е вид., перероб. і доп. – Рівне: НУВГП, 2018 - 377 с.
5. Лурье Ю.Ю. Аналитическая химия промышленных сточных вод - М.: Химия, 1984. - 448 с. ил.
6. Унифицированные методы анализа воды / под ред. Ю.Ю. Лурье. – М.: Химия, 1973. – 376 с.
7. Мацнев А. І., Проценко С. Б., Саблій Л. А. Практикум з моніторингу та інженерних методів охорони довкілля. – Рівне : ВАТ «Рівненська друкарня», 2002. – 460 с.
8. Методика визначення хімічного споживання кисню (ХСК) в поверхневих і стічних водах: КНД 211.1.4.021-95.
9. Методика фотометричного визначення нітрит-іонів з реактивом Гріса в поверхневих та очищених стічних водах: КНД 211.1.4.023-95.

10. Методика фотометричного визначення нітратів з саліциловою кислотою в поверхневих та біологічно очищених стічних водах: КНД 211.1.4.046-95.
11. Кутикова Л.А. Фауна аэротенков (Атлас). Л.: «Наука», 1984. - 264 с.
12. Запольський А.К., Мешкова-Клименко Н.А., Астрелін І.М., Брик М.Т., Гвоздяк П.І., Князькова Т.В. Фізико-хімічні основи технології очищення стічних вод. - К.: «Лібра». - 2000. – 552 с.
13. Особливості дотримання техніки безпеки при роботі в біохімічній та хімічній лабораторіях: навч. посібник для студентів та викладачів вузів / К. В. Александрова, В. М. Швець, М. В. Дячков, Д. А. Васильєв. - Запоріжжя: [ЗДМУ], 2017. – 76 с.