

МИНОБРНАУКИ РОССИИ  
ВЛАДИВОСТОКСКИЙ ГОСУДАРСТВЕННЫЙ УНИВЕРСИТЕТ  
*Международный институт окружающей среды и туризма  
Кафедра экологии, биологии и географии*

Методические рекомендации по выполнению лабораторных работ по дисциплине

**ПРИКЛАДНАЯ ЭКОЛОГИЯ**

**МОДУЛЬ 1**

Направление и направленность (профиль)  
05.03.06 Экология и природопользование. Экологическая безопасность

Форма обучения

очная

Составитель(и)

Иваненко Н.В., кандидат биологических наук, доцент, кафедра экологии, биологии и географии, [Natalya.Ivanenko@vvsu.ru](mailto:Natalya.Ivanenko@vvsu.ru)

Утверждены на заседании кафедры туризма и экологии

от 21.04.2021, протокол № 9

Владивосток 2023

## Лабораторная работа 1 - Ионообменная сорбция. Устранение жесткости воды

### Этапы работы:

1. Прочитать методику.
2. Выполнить этап I лабораторной работы – «Установление общей и временной жесткости воды».
3. Выполнить этап II лабораторной работы – «Устранение жесткости методом ионного обмена».
4. Выполнить этап III лабораторной работы – Рассчитать емкость ионита.
5. Ответить (письменно) на контрольные вопросы (включить в теоретическую часть отчета).
6. Подготовить отчета (самостоятельная работа).
7. Прикрепить отчет в электронный курс (отправить на проверку).
8. Защита отчета (устно).
9. Решить 2 задачи на определение щелочности (стр. 78) и жесткости (стр. 79-80) по вариантам (см. Учебно-методическое пособие для лабораторных работ. ЭУК «Прикладная экология. Модуль 1». URL: <https://edu.vvsu.ru/mod/assign/view.php?id=73703>).
10. Прикрепить задачи в электронный курс (отправить на проверку).

### Реактивы и оборудование:

#### 1. Определение общей жесткости:

Комплексон III (Трилон Б) – 0,05 н (50 мл фиксаля 0,1 н переносят в мерную колбу на 100 мл и доводят до метки дистиллированной водой.

Аммиачный буферный раствор (20 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  растворить в 500 мл воды, добавить 80 мл концентрированного аммиака и довести объем до 100 мл).

Индикатор хромоген синий или эриохром черный Т (0,5 г индикатора растворяют в 20 мл аммиачно-буферного раствора и доводят объем до 100 мл этиловым спиртом).

Сернистый натрий 9-водный 10 % р-р – капельница.

#### 2. Определение временной жесткости:

$\text{HCl}$  0,1 н. – 400 мл;

метиловый оранжевый – капельница.

#### 3. Ионообменная сорбция:

Делительная воронка объемом 100 – 150  $\text{см}^3$

8 стаканчиков 100 мл;

7 пробирок 20 мл;

пипетка 10 мл;

катионит;

$\text{HCl}$  1 моль/ $\text{дм}^3$  – 1000 мл;

$\text{NaOH}$  1 моль/ $\text{дм}^3$  – 1000 мл;

$\text{NaCl}$  0,01 моль/ $\text{дм}^3$  – 100 мл;

$\text{Na}_2\text{CO}_3$  20 % р-р – 100 мл.

Универсальная индикаторная бумага;

Дистиллированная вода.

#### 4. Определение pH:

Электрод вымочить в р-ре  $\text{HCl}$ ;

Насыщенный р-р  $\text{KCl}$ .

### Цели работы:

1. Установление общей и временной жесткости воды.
2. Устранение жесткости методом ионного обмена.
3. Определение емкости ионита

**Ход работы:**Трилометрический метод определения общей жесткости воды ( $J_{общ}$ , мг-экв/л)

1. Заполнить бюретку 0,05 н рабочим раствором (Трилон Б), установив уровень раствора на нулевом делении.

2. Отмерить в колбу 50 мл исследуемой воды. Так как в анализируемой воде могут присутствовать, кроме кальция и магния, также и другие катионы, взаимодействующие с Трилоном Б, например, железа, цинк, медь, марганец, то принимают меры против их влияния на результаты титрования. Например, влияние меди и цинка устраняют добавлением к воде нескольких капель 10 %-го р-ра сульфида натрия.

3. Добавить 5 мл буферного раствора и несколько капель индикатора хромогена синего. Вода должна окраситься в красный цвет.

4. Титровать раствором Трилона Б до перехода окраски из красной в фиолетовую. Подождать, перемешивая содержимое колбы, 2 – 3 секунды. Окраска может без добавления трилона перейти из фиолетовой в синюю. Если этого не произошло, добавить осторожно еще 2 – 3 капли до перехода окраски воды в синюю. Отмерить объем рабочего раствора, пошедшего на титрование.

5. Определение повторить 2 – 3 раза до получения сходимых результатов.

6. Результаты измерений занести в таблицу. Для расчета взять среднее значение объема Трилона Б.

№	$V_{\text{пробы воды, МЛ}}$	$V_{\text{рабочего раствора, МЛ}}$
1		
2		
3		
Среднее значение =		

7. Рассчитать общую жесткость воды по формуле:

$$J_{\text{общ}} = V_{\text{рабочего раствора}} \cdot V_{\text{рабочего раствора}} \cdot 1000 / V_{\text{пробы воды}} \text{ (МГ-ЭКВ/Л)}$$

Определение карбонатной жесткости и расчет некарбонатной жесткости воды:

8. Для исследования используют не умягченную воду. Титрование проводят 0,1 н р-ром HCl. Титруют 100 мл воды р-ром HCl в присутствии индикатора метилового оранжевого до перехода окраски в желто-розовую (цвет чайной розы).

9. Определение повторить 2 – 3 раза до получения сходимых результатов.

10. Результаты титрования занести в таблицу. Для расчета взять среднее значение объема HCl.

№	$V_{\text{пробы воды, МЛ}}$	$V_{\text{рабочего раствора, МЛ}}$
1		
2		
3		
Среднее значение =		

11. Временную жесткость для не умягченной воды рассчитывают по формуле:

$$J_{\text{карбонатная}} = V_{\text{рабочего раствора}} \cdot V_{\text{рабочего раствора}} \cdot 1000 / V_{\text{пробы воды}} \text{ (МГ-ЭКВ/Л)}$$

12. Постоянную жесткость определяют по уравнению:

$$J_{\text{постоянная}} = J_{\text{общая}} - J_{\text{карбонатная}} \text{ (МГ-ЭКВ/Л)}$$

Устранение жесткости воды:

13. Отмерить цилиндром в колбу 600 мл жесткой воды.

14. Заполнить делительную воронку ионообменной смолой, уровень жидкости должен быть выше слоя катионита. Открыть нижний кран, аккуратно слить раствор, находящийся над катионитом до верхнего уровня ионита в колонке и закрыть кран. Затем пространство над катионитом заполняют умягчаемой водой. При заполнении следить за тем, чтобы пипетке не было пузырьков воздуха.

15. Приготовить семь стаканчиков емкостью 100 мл.

16. Пропустить воду через колонку с катионитом со скоростью 15 мл в минуту ( $\approx$  1 – 2 капли в секунду) и собрать в стаканчики по 60 мл (до метки). Первую пробу вылить, но объем воды принять в расчет.

17. Из каждого стаканчика отобрать пипеткой по 10 мл умягченной воды и перенести в пробирку.

18. В каждую из пробирок добавить по 5 мл 20 % р-ра  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  (соды) и наблюдать за появлением помутнения в течение 2-х минут.

19. Первую пробирку, в которой произошло помутнение, отмечают и проводят в соответствующей пробе анализ общей жесткости трилонометрическим методом.

Определение емкости катионита:

20. Обменную емкость сухого катионита рассчитывают по формуле:

$$E = K \cdot J_{\text{общая}} \cdot V_{\text{воды}} / V_{\text{ионита}}, \text{ где}$$

$K$  – коэф-т набухания ионита. Принять равным 1,8

$$V_{\text{воды}} = V_{\text{отброшен}} + V_1 + V_2 + \dots + V_n,$$

$n$  – число проб до появления помутнения

$V_{\text{ионита}} = h \cdot S$ , где  $h$  – высота столба катионита в колонке,  $d$  – внутренний диаметр колонки.

21. Регенерировать колонку, пропуская раствор соляной кислоты (1 моль/дм<sup>3</sup>).

Оформить выводы (в соответствии с целями работы).

**Контрольные вопросы:**

1. Дайте определение жесткости воды?
2. Что является количественной мерой жесткости воды?
3. Какие виды жесткости различают?
4. В каких единицах выражается жесткость?
5. Какие категории жесткости воды выделяют?
6. Что происходит при добавлении в жесткую воду 1) кальцинированной соды  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , 2) гашёной извести  $\text{Ca}(\text{OH})_2$ ? Напишите уравнения реакции.
7. Что происходит при кипячении жесткой воды? Напишите уравнения реакции.
8. Какие методы устранения жесткости воды Вы знаете?
9. Объясните принцип действия ионообменных смол.
10. Дайте характеристику методам определения жесткости воды?
11. На каких реакциях основаны методы определения жесткости воды (продублируйте эти реакции в экспериментальной части отчета)?

## Лабораторная работа 2 – Обезжелезивание воды

### Этапы работы:

1. Изучить краткую теоретическую часть "Методика ускоренного определения содержания железа в воде".
2. Изучить ГОСТ 4011-72. Вода питьевая. Методы измерения массовой концентрации общего железа». М.: Госстандарт, 1972. 9 с.
3. Изучить методику фотометрического определения содержания железа.
4. Выполнить этап I лабораторной работы – Выполнить шкалу эталонных растворов.
5. Выполнить этап II лабораторной работы – Провести построение калибровочного графика.
6. Выполнить этап III лабораторной работы – Измерить концентрацию железа в водопроводной воде.
7. Изучить методы обезжелезивания воды, стр. 59-60 (см. Учебно-методическое пособие для лабораторных работ. URL: <https://edu.vvsu.ru/mod/assign/view.php?id=73703>).
8. Выполнить этап IV лабораторной работы – Провести обезжелезивание водопроводной воды в лаборатории сорбционным методом.
9. Выполнить этап V лабораторной работы – Оценить эффективность обезжелезивания воды.
10. Ответить (письменно) на контрольные вопросы (включить в теоретическую часть отчета).
11. Подготовить письменный отчет (самостоятельная работа)
12. Прикрепить отчет в электронный курс (отправить на проверку)
13. Защитить отчет (устно)

### Реактивы и оборудование:

#### Подготовка рабочей шкалы для фотометрирования:

Оборудование для приготовления рабочей шкалы:

Колбы конические V=50 мл - 7 шт.

Стеклянные палочки для перемешивания – 7 шт.

Пипетки V=1 мл – 2 шт, 2 мл – 1 шт, 5 мл – 1 шт.

Ступка и пестик керамические.

Раствор сульфосалициловой кислоты. 20 г сульфосалициловой кислоты поместить в мерную колбу на 100 мл и растворить в небольшом количестве дистиллированной воды. Затем разбавить водой до метки и перемешать.

Раствор хлорида аммония 2 моль/л. 10,7 г хлорида аммония поместить в мерную колбу на 100 мл и растворить в небольшом количестве дистиллированной воды. Затем разбавить водой до метки и перемешать.

Раствор аммиака 1:1. В мерную колбу на 100 мл внести 50 мл концентрированного (25 %) раствора аммиака, разбавить водой до метки и перемешать.

Гидроперит. Используется обычный аптечный гидроперит в виде таблеток (m=1,5 г).

Приготовление основного стандартного раствора. Навеску 0,8636 г железоаммонийных квасцов поместить в мерную колбу на 1000 мл, добавить немного дистиллированной воды и 2 мл концентрированной соляной кислоты. После растворения соли долить водой до метки и перемешать. 1 мл полученного раствора содержит 0,1 мг железа.

Приготовление рабочего стандартного раствора. 5 мл основного рабочего раствора поместить в мерную колбу на 100 мл и разбавить водой до метки. 1 мл полученного раствора содержит 0,005 мг железа. Раствор должен быть использован в тот же день.

#### Фотометрирование и построение калибровочного графика:

Спектрофотометр Юнико 1201 (длина волны 400 нм).

Кювета 50 мм.

Бумага фильтровальная (для протирки кюветы)

Бумага миллиметровая.

Линейка.

Определение концентрации железа в водопроводной воде:

Спектрофотометр Юнико 1201 (длина волны 400 нм).

Кювета 50 мм.

Бумага фильтровальная (для протирки кюветы).

Бюретка (50 мл) для взятия точного объема аликвоты исследуемой воды.

Коническая колба – 100 мл – 2 шт.

Пипетки V=1 мл – 2 шт.

Ступка и пестик керамические.

Использовать те же реактивы, что и для подготовки рабочей шкалы для фотометрирования:

раствор сульфосалициловой кислоты;

раствор хлорида аммония;

раствор аммиака;

гидроперит.

Обезжелезивание водопроводной воды сорбционным методом:

Мерный цилиндр 100 см<sup>3</sup> – 1 шт.

Колба 250 см<sup>3</sup> – 2 шт.

Воронка стеклянная – 1 шт.

Палочка стеклянная – 1 шт.

Фильтр белая лента.

Целлюлоза, обработанная разбавленной соляной кислотой (1 моль/дм<sup>3</sup> – 1000 мл).

Подготовить по аналогии с подготовкой катионита – 2 г.

Аммиачный буферный раствор (рН=9).

Раствор аммиака (2:3)

### **Цели работы:**

1. Определение концентрации железа методом фотометрического определения с сульфосалициловой кислотой.
2. Удаление железа из воды сорбционным методом.

### **Ход работы:**

Подготовка шкалы рабочей шкалы для фотометрирования:

В конические колбы поместить 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего стандартного раствора и довести дистиллированной водой до 50 мл. Полученная шкала соответствует содержанию железа 0; 0,05; 0,10; 0,20; 0,30; 0,40; 0,50 мг/л соответственно. Затем во все колбы добавить по 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты и по одной размятой в ступке таблетке гидроперита (1,5 г). Перемешать до растворения гидроперита и выдержать 5 минут. Затем во все колбы добавить по 1 мл раствора хлорида аммония и по 1 мл раствора аммиака. Выдержать 5 минут и измерить оптическую плотность.

Фотометрирование и построение калибровочного графика:

Оптическую плотность измерить при длине волны 400 нм, (кювета 50 мм). Оптическую плотность следует определять относительно холостой пробы.

Результаты фотометрирования занести в таблицу

Таблица – Оптические плотности раствора рабочей шкалы

№ пробы	Содержание железа, мг/л*	Оптическая плотность растворов при $\lambda=400$ нм и $l = 50$ мм
1	0	

2	0,05	
3	0,10	
4	0,20	
5	0,30	
6	0,40	
7	0,50	

*\*В методике ГОСТ указано, что закон Бугера-Ламберта-Бера выполняется при содержании железа в анализируемой пробе до 2 мг/мл*

Градуировочный график строится в осях С «концентрация железа, мг/л» - D «оптическая плотность».

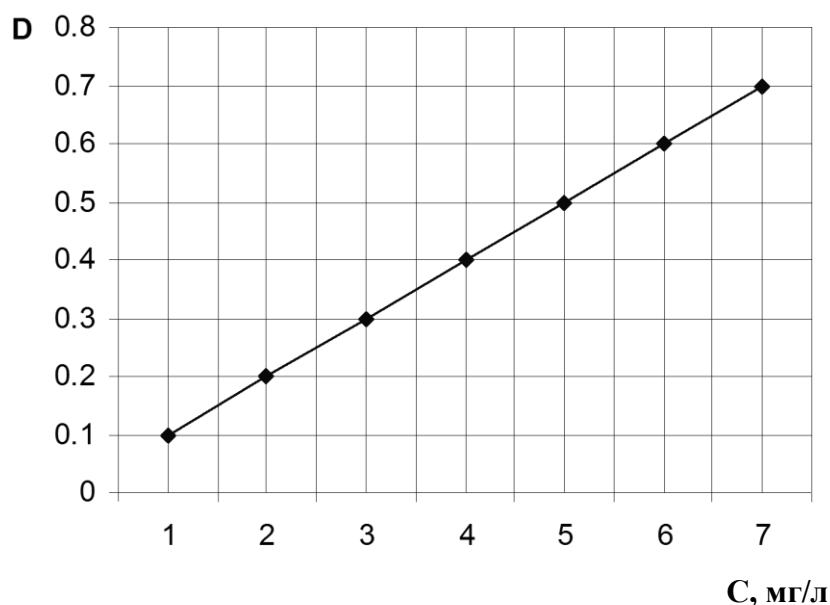


Рисунок – Пример градуировочного графика\*\*

*\*\*Градуировочный график строят, откладывая по горизонтальной оси известные концентрации С, а по вертикальной – соответствующие им значения оптической плотности D, рассчитанные по методу наименьших квадратов. Следует убедиться в том, что зависимость концентрации от оптической плотности – линейная (по критерию Фишера), т.е. выражается на графике прямой линией. По градуировочной кривой (точнее по уравнению линейной регрессии) в дальнейшем определяют неизвестную концентрацию вещества в исследуемых растворах.*

Определение концентрации железа в водопроводной воде:

В коническую колбу поместить аликвоту 50 мл анализируемой воды, добавить 1 мл раствора сульфосалициловой кислоты. Одну таблетку гидроперита размять в ступке и всыпать в анализируемую воду. Перемешать содержимое колбы и выдержать 5 минут для окисления двухвалентных соединений железа в трёхвалентные. Затем в колбу добавить 1 мл раствора хлорида аммония и 1 мл раствора аммиака и выдержать 5 минут для развития окраски. Параллельно следует приготовить холостую пробу, взяв в колбу аликвоту 50 мл дистиллированной воды и проделав с ней все вышеперечисленные операции. Далее следует провести определение оптической плотности пробы относительно холостой при длине волны 400 нм, используя кюветы длиной 50 мм. Можно также определить содержание железа визуально, перелив пробу в высокую пробирку слоем 15-20 см и сравнивая окраску со шкалой на белом фоне, глядя сверху, через весь слой жидкости

Расчет концентрации железа в исследуемой пробе:

Если проба воды перед анализом не разбавлялась, то содержание железа в мг/л вычисляется по градуировочному графику. При предварительном разбавлении пробы содержание железа вычисляется по формуле:

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}$$

X – содержание железа, мг/л.

C – содержание железа, мг/л, найденное по градуировочному графику.

V – объём аликвоты воды, взятой на анализ, мл.

50 – объём, до которого разбавлена взятая аликвота, мл.

За окончательный результат анализа принимается среднее арифметическое значение двух параллельных определений, если расхождение между ними не превышает 25 %.

Обезжелезивание водопроводной воды сорбционным методом:

Выполнить лабораторную работу, руководствуясь Учебно-методическое пособие для лабораторных работ. ЭУК «Прикладная экология. Модуль 1». URL: <https://edu.vvsu.ru/mod/assign/view.php?id=73703> (59-60).

### Контрольные вопросы:

1. Какими уравнениями выражается основной закон светопоглощения?
2. В чем сущность метода градуировочного графика?
3. Какая зависимость должна прослеживаться при построении калибровочного графика?
4. Как влияет разбавление или концентрирование пробы воды, взятой на анализ, для проведения расчетов по экспериментальным данным?
5. В каких формах железо находится в природных водах?
6. Какое влияние на организм человека могут оказывать ионы железа в питьевой воде, если содержание превышает 0,3 мг/л?
7. Методы обезжелезивания воды (реагентные, безреагентные).

## Лабораторная работа 3 – Определение нитрат-ионов в плодоовощной продукции

### Этапы работы:

1. Подбор литературы (самостоятельная работа)
2. Написание части отчета: Глава 1 - Обзор литературы (самостоятельная работа).
3. Изучение методик определения нитратов (см.:
  - a) Методические указания по лабораторному контролю качества продукции общественного питания (одобрены Минздравом СССР 23.10.1991 N 122-5/72, рекомендованы Минторгом СССР от 11.11.1991 N 1-40/3805) – методика изложена ниже.
  - b) Стр. 7-82. Биомониторинг состояния окружающей среды: учебное пособие / Под. ред. проф. И.С. Белюченко, проф. Е.В. Федоненко, проф. А.В. Смагина. – Краснодар: КубГАУ, 2014. – 153 с.
  - c) Стр. 1-18. Оценка загрязнения продуктов питания нитратами: метод. пособие к лабораторной работе по дисц. «Безопасность жизнедеятельности человека» и «Защита населения и объектов от чрезвычайных ситуаций. Радиационная безопасность» / Д. А. Мельниченко, П. В. Камлач, В. И. Камлач, А. П. Ключев - Минск: БГУИР, 2015 - 18 с. (см. вложенные файлы) (самостоятельная работа).
4. Получение допуска к выполнению работы (устный опрос - знание методик определения).



5. Определение содержание нитратов в плодоовощной продукции (лабораторная работа под контролем преподавателя):
  - а) ионометрическим методом;
  - б) колориметрическим методом с дефиниламином;
  - в) экспресс-методом.
6. Написание части отчета: Глава 2 - Материал и методы (самостоятельная работа).
7. Написание части отчета: 1) Глава 3 - Результаты и обсуждение. 2) Выводы 3) Использованная литература (самостоятельная работа).
8. Прикрепить отчет в электронный курс (отправить на проверку).
9. Защитить отчет (устно).

### **Реактивы и оборудование:**

#### Ионометрический метод определения нитрат-ионов $\text{NO}_3^-$

Иономер.

Ионоселективный нитратный электрод. Новый ионоселективный электрод промывают дистиллированной водой и ополаскивают приэлектродным раствором. Затем электрод приэлектродным раствором и выдерживают в течение 24 ч. в растворе с концентрацией  $\text{NO}_3^-$  – 0,1 моль/л. После этого электрод помещают на 10 мин в дистиллированную воду, промокают фильтровальной бумагой и проверяют его работу, используя растворы сравнения. В перерывах между работой электрод хранят в растворе с концентрацией нитрат-ионов 0,1 моль/л.

Соковыжималка.

Гомогенизатор (6000 об/мин).

Терка.

Скальпель.

Весы технические.

Электрод сравнения (хлорсеребряный, насыщенный раствором хлорида калия).

Ступка с пестиком.

Колбы мерные на 100 мл.

Пипетки мерные.

Стаканы химические объемом 50 мл.

Вода дистиллированная.

Алюмокалиевые квасцы  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot \text{K}_2\text{SO}_4 \cdot 24\text{H}_2\text{O}$  - 1 % (10 г алюмокалиевых квасцов растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 1 л).

Раствор сравнения калия азотнокислого - 0,1 моль/л. (10,11 г  $\text{KNO}_3$  растворяют в растворе алюмокалиевых квасцов и доводят объем до 1000  $\text{cm}^3$ ).

Рабочие растворы  $\text{NO}_3^-$  0,01 моль/ $\text{dm}^3$ , 0,001 моль/ $\text{dm}^3$ , 0,0001 моль/ $\text{dm}^3$  готовят десятикратным разведением раствора алюмокалиевых квасцов (раствора сравнения). Рабочие стандартные растворы  $\text{NO}_3^-$  (0,01М, 0,001 М, 0,0001 М) используют для градуировки прибора (для построения калибровочного графика), см. ход работы.

#### Колориметрический метод определения нитрат-ионов $\text{NO}_3^-$

Терка.

Скальпель.

Предметные стекла.

Трубочки-капельницы.

Пипетки химические V=5 мл

Ступка с пестиком.

Марля.

Дистиллированная вода.

1%-й раствор дифениламина в серной кислоте: 1 г дифениламина растворяют в 54 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$ .

Исходный раствор  $\text{NaNO}_3$  для построения калибровочной кривой. Если растворить 1 г  $\text{NaNO}_3$  в 1 л воды, то это будет соответствовать 729 мг/кг нитратов (по нитрат-иону):

$$\frac{85 - 1000 \text{ мг (1 г)}}{62 - X}$$

$$X = (62 \times 1000) / 85 = 729 \text{ мг/кг,}$$

где: 85 – молекулярный вес  $\text{NaNO}_3$ , 62 – молекулярный вес нитрат-иона ( $\text{NO}_3^-$ ). Согласно таблице (см. ниже), наибольшее содержание нитратов в распространенных видах овощей – 3000 мг/кг.

$$\frac{729 - 1000 \text{ мг (1 г)}}{3000 - X}$$

$$X = (3000 \times 1000) / 729 = 4,11 \text{ г,}$$

т. е. надо растворить 4,11 г соли в литре дистиллированной воды. При небольшом количестве анализов в учебных целях достаточно и 100 мл, т. е. 411 мг  $\text{NaNO}_3$  нужно растворить в 100 мл воды.

Баллы	Характер окраски	Содержание нитратов, мг/кг
6	Сок или срез окрашиваются быстро и интенсивно в иссиня-черный цвет. Окраска устойчива и не пропадает	>3000
5	Сок или срез окрашиваются в темно-синий цвет. Окраска сохраняется некоторое время	3000
4	Сок или срез окрашиваются в синий цвет. Окраска наступает не сразу	1000
3	Окраска светло-синяя, исчезает через 2–3 минуты	500
2	Окраска быстро исчезает, окрашиваются главным образом проводящие пучки	250
1	Следы голубой, быстро исчезающей окраски	100
0	Нет ни голубой, ни синей окраски. На целых растениях возможно порозовение	0

Экспресс-метод определения нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$   
Нитратомер фирмы Soeks.

#### **Цели работы:**

1. Определение нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$  ионометрическим методом.
2. Определение нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$  колориметрическим методом с дефиниламином.
3. Определение нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$  экспресс-методом.
4. Провести оценку качества продукции – сравнить содержание нитратов в овощах и фруктах с ПКД для продуктов растениеводства.

#### **Ход работы:**

Ионометрический метод определения нитрат-ионов:

##### **1. Построение калибровочного графика**

Для построения калибровочного графика, методом последовательного разбавления, в мерных колбах на 100 мл готовят калибровочные растворы нитрата калия следующих концентраций: 0,01; 0,001; 0,0001 моль/ дм<sup>3</sup>.

Приготовление калибровочного раствора нитрата калия 0,01 моль/ дм<sup>3</sup>:

1) с помощью пипетки внести 10 мл раствора нитрата калия концентрацией 0,1 моль/ дм<sup>3</sup> в мерную колбу на 100 мл;

2) долить в мерную колбу дистиллированной воды до метки (риски на горле колбы);

3) Раствор в мерной колбе перемешать.

Приготовленный раствор нитрата калия имеет концентрацию 0,01 моль/л.

Из раствора нитрата калия 0,01 моль/ дм<sup>3</sup>, описанным выше способом, готовят раствор нитрата калия 0,001 моль/ дм<sup>3</sup> и т.д. Подобный способ приготовления называют «последовательное разбавление».

В приготовленных растворах проводят измерение активности нитрат-иона с помощью электродной пары. Измерение активности начинают с раствора с меньшей концентрацией. Электроды перед погружением в калибровочные растворы тщательно промывают дистиллированной водой и подсушивают фильтровальной бумагой. Показания прибора считывают после прекращения заметного дрейфа показаний прибора.

Результаты измерений занести в таблицу

Таблица – Активность, mV

№ пробы	Концентрация NO <sub>3</sub> <sup>-</sup> , моль/дм <sup>3</sup>	$pC_{NO_3^-} = -lg_{NO_3^-}$	Показания прибора, Активность, mV
1	0,01		
2	0,001		
3	0,0001		

По измеренным значениям строят калибровочный график в координатах *Активность, mV* от  $pC_{NO_3^-}$ , представляющий собой прямую (примечание:  $pC_{NO_3^-} = -lg_{NO_3^-}$ ).

## 2. Подготовка плодоовощной продукции к анализу

Пробы готовят к анализу следующим образом:

**Картофель.** Клубни моют водой, вытирают чистой тканью досуха и нарезают крестообразно вдоль оси «столон - ростовая часть» на 4 равные части. От каждого клубня берут четвертую часть, отобранный материал используют для анализа.

**Корнеплоды.** Корнеплоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, срезают шейку и тонкий конец корня и нарезают крестообразно вдоль вертикальной оси на 4 равные части. Доли, представляющие четвертую часть от каждого корнеплода, используют для анализа.

**Капуста.** Кочаны нарезают крестообразно вдоль вертикальной оси на 4 или 8 равных частей и берут соответственно по 1/4 или 1/8 части от каждого кочана в пробу для анализа. При этом отбрасывают верхние несъедобные листья и остаток кочерыги.

**Луковичные растения.** Отбрасывают несъедобные части. С луковиц удаляют чешуи, срезают и отбрасывают основания корня и сухую шейку, нарезают их крестообразно вдоль вертикальной оси на 4 равные части и от каждой луковицы четвертую часть берут в пробу для анализа.

**Томаты, огурцы, кабачки.** Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, удаляют плодоножки и нарезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части. От каждого плода в пробу для анализа берут по 1/4 части.

**Бахчевые культуры.** Плоды нарезают вдоль оси на сегменты шириной 6-8 см по окружности плода и в пробу для анализа от каждого плода берут по 2-4 сегмента с противоположных сторон таким образом, чтобы в их число попали и затемненные, и освещенные солнцем части. С отобранных частей плода снимают верхний слой, не употребляемый в пищу, удаляют семена.

**Перец сладкий.** Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, нарезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части и берут в пробу для анализа по 1/4 части от каждого плода. При этом вырезают и отбрасывают семена и остаток плодоножки.

**Зеленые овощи (салат, шпинат, капуста салатная, петрушка, щавель, сельдерей, кинза, укроп и т.д.).** Обрезают и отбрасывают несъедобные части растений. Растения моют водой и подсушивают сначала между листами фильтровальной бумаги или слоями чистой ткани, а затем на воздухе.

Яблоки, груши. Плоды моют водой, вытирают чистой тканью досуха, разрезают крестообразно вдоль оси на 4 равные части и берут в пробу для анализа по 1/4 части от каждого плода. При этом вырезают и отбрасывают остаток семенного гнезда и плодоножку.

Виноград. Ягоды винограда отделяют от веток, моют водой и сушат на листе фильтровальной бумаги.

### 3. Определение нитратов $\text{NO}_3^-$

В стакане на  $100 \text{ см}^3$  к 10 г свежеразмолотого до однородной массы растительного материала (или сока) добавить 50 мл 1%-го раствора алюмокалиевых квасцов. Перемешать с помощью стеклянной палочки в течение 3-5 минут. Для ускорения анализа вместо вытяжки можно использовать сок анализируемой продукции, разбавленный раствором алюмокалиевых квасцов. При анализе капусты для разрушения примесей, мешающих определению нитратов, проводят их окисление марганцевокислым калием.

Электроды погружают в испытуемый раствор и снимают показания в единицах  $pC_{\text{NO}_3^-}$ . Показания прибора считывают не ранее чем через 1 мин после прекращения дрейфа показаний прибора. Температура испытуемых проб и растворов сравнения должна быть одинаковой. Настройку прибора проверяют не менее трех раз в течение рабочего дня, используя каждый раз свежие порции растворов сравнения.

Полученные значения  $pC_{\text{NO}_3^-}$  переводят в мг/кг  $\text{NO}_3^-$

Результаты измерений занести в таблицу

Таблица – Результаты измерений

Продукт	Показания прибора, $pC_{\text{NO}_3^-}$	Концентрация $\text{NO}_3^-$ , мг/кг	ПДК $\text{NO}_3^-$ , мг/кг

Для перевода величин  $pC_{\text{NO}_3^-}$  в массовую долю нитратов (мг/кг) в анализируемой пробе пользуются:

а) специальной формулой:

$$X = \left( 50 + \frac{W}{10} \right) \cdot 10^{-pC_{\text{NO}_3^-}} \cdot 6200$$

где:

$10^{-pC_{\text{NO}_3^-}}$  - концентрация нитрата в вытяжке, моль/дм<sup>3</sup>; W - массовая доля воды в пробе, % (огурцы, томаты, арбузы, дыни, капуста, лук на перо – 80-90 % воды, картофель, морковь, столовая свекла, лук-репка – 70-80 % воды).

б) или вспомогательными таблицами «Методические указания по лабораторному контролю качества продукции общественного питания» (одобрены Минздравом СССР 23.10.1991 N 122-5/72, рекомендованы Минторгом СССР от 11.11.1991 N 1-40/3805), см. URL: <http://www.consultant.ru/>

Полученные результаты сравнивают с предельно-допустимой концентрацией (ПДК) и делают вывод о пригодности исследуемой пробы почвы к использованию. ПДК нитратов в плодоовощной продукции найти самостоятельно.

Таблица – Перевод величин  $pC_{NO_3^-}$  в массовую долю нитратов (мг/кг) в анализируемой пробе при анализе материала с содержанием воды 80-90 %.

$pC_{NO_3^-}$	Сотые доли $pC_{NO_3^-}$ массовая доля нитрата, мг/кг									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,6	9188	8979	8575	8375	8383	8189	8003	7821	7643	7469
1,7	7299	7133	6970	6812	6656	6505	6357	6212	6071	5933
1,8	5798	5666	5537	5411	5287	5267	5049	4935	4822	4712
1,9	6405	4500	4398	4298	4200	4104	4011	3920	3830	3743
2,0	3658	3575	3493	3414	3336	3260	3186	3113	3043	2973
2,1	2906	2840	2775	2712	2650	2590	2531	2474	2417	2362
2,2	2308	2256	2204	2154	2105	2057	2010	1964	1920	1876
2,3	1833	1792	1751	1711	1672	1634	1597	1560	1525	1490
2,4	1456	1423	1391	1359	1328	1298	1268	1239	1211	1184
2,5	1157	1130	1105	1080	1055	1031	1007	985	962	940
2,6	919	898	877	858	838	819	800	782	764	747
2,7	730	713	697	681	666	650	636	621	607	593
2,8	580	567	544	541	529	517	505	493	482	471
2,9	461	450	440	430	420	410	401	392	383	374
3,0	366	387	349	341	334	326	319	311	304	297
3,1	291	284	277	271	265	259	253	247	242	236
3,2	231	226	220	215	210	206	201	196	192	188
3,3	183	179	170	171	167	163	160	156	152	149
3,4	146	142	139	136	137	130	127	124	121	118
3,5	116	113	110	108	105	103	101	98,0	96,6	94
3,6	91,9	89,8	87,7	85,8	83,3	81,9	80,0	78,2	76,4	74,7
3,7	73	71	69,7	68,1	66,6	65,0	63,6	61,1	60,7	59,3
3,8	58	56,7	55,4	54,1	52,9	51,7	50,5	49,3	48,2	47,1
3,9	46,1	45,0	44,0	43,0	42,0	41,0	40,1	39,3	38,3	37,4
4,0	36,1	35,7	34,9	34,1	33,4	32,6	30,9	31,1	30,4	29,7

Таблица – Перевод величин  $pC_{NO_3^-}$  в массовую долю нитратов (мг/кг) в анализируемой пробе при анализе материала с содержанием воды 70-80 %.

$pC_{NO_3^-}$	Сотые доли $pC_{NO_3^-}$ массовая доля нитрата, мг/кг									
	0,00	0,01	0,02	0,03	0,04	0,05	0,06	0,07	0,08	0,09
1,6	9033	8827	8626	8430	8238	8003	7867	7688	7513	7342
1,7	7175	7012	6852	6696	6544	6357	6249	6107	5968	5832
1,8	5699	5570	5443	5319	5198	5079	4964	4851	4740	4633
1,9	4527	4424	4323	4225	4129	4035	3943	3853	3665	3680
2,0	3596	3514	3434	3356	3280	3205	3132	3061	2991	2923
2,1	2856	2791	2728	2666	2605	2546	2488	2431	2376	2322
2,2	2269	2217	2167	2117	2069	2022	1976	1931	1887	1844
2,3	1802	1761	1721	1682	1644	1606	1570	1534	1499	1465
2,4	1432	1399	1367	1336	1306	1276	1247	1218	1191	1164
2,5	1137	1111	1086	1061	1037	1013	990	968	946	924
2,6	903	883	863	843	824	805	787	769	751	734
2,7	717	701	685	670	654	639	625	611	597	583
2,8	570	557	544	532	520	508	495	485	474	463
2,9	453	442	432	422	413	403	394	385	377	368
3,0	360	351	343	336	328	320	313	306	299	292
3,1	286	279	273	267	261	255	249	243	238	232
3,2	227	222	217	212	207	202	198	193	189	184
3,3	180	176	172	168	164	161	157	153	150	146
3,4	143	140	137	134	131	128	125	122	119	116
3,5	114	111	109	106	104	101	99	97	95	92
3,6	90,3	88,7	86,3	84,3	82,4	80,5	78,7	76,9	75,1	74,4
3,7	71,7	70,1	68,5	67,0	65,4	63,9	62,5	61,1	59,7	58,3
3,8	57,0	55,7	54,4	53,2	52,0	50,8	49,6	48,5	47,4	46,3
3,9	45,3	44,2	43,2	42,2	41,3	40,3	39,4	38,5	37,7	36,8
4,0	36,0	35,1	34,3	33,6	32,8	32,0	31,3	30,6	29,9	29,2

Определение нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$  колориметрическим методом с дефиниламином

Выполнить лабораторную работу, руководствуясь: Биомониторинг состояния окружающей среды: учебное пособие / Под. ред. проф. И.С. Белюченко, проф. Е.В. Федоненко, проф. А.В. Смагина. – Краснодар: КубГАУ, 2014. – 153 с URL: <https://edu.vvsu.ru/mod/assign/view.php?id=73711>

Экспресс-метод определения нитратов

Выполнить лабораторную работу, руководствуясь: Оценка загрязнения продуктов питания нитратами: метод. пособие к лабораторной работе по дисц. «Безопасность жизнедеятельности человека» и «Защита населения и объектов от чрезвычайных ситуаций. Радиационная безопасность» / Д. А. Мельниченко, П. В. Камлач, В. И. Камлач, А. П. Клюев – Минск: БГУИР, 2015. – 18 с. URL: <https://edu.vvsu.ru/mod/assign/view.php?id=73711>

**Контрольные вопросы:**

1. Что такое нитраты?
2. Круговорот азота в природе.
3. Какова ПДК нитратов для питьевой воды, овощей, фруктов?
4. Какие причины накопления нитратов в растениях?
5. С чем связано присутствие нитратных ионов в пресных водах?
6. В чем потенциальная опасность нитратов для здоровья человека?
7. Какова предельно допустимая норма нитратов для взрослых и детей?
8. Какие существуют методы измерения нитратов?
9. Дайте характеристику колориметрическому методу.
10. Какими уравнениями выражается основной закон светопоглощения?
11. В чем сущность метода градировочного графика?
12. В чем достоинства и недостатки метода экспресс-оценки нитрат-ионов  $\text{NO}_3^-$ ?