

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ОДЕСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ ІМЕНІ І. І. МЕЧНИКОВА
ХІМІЧНИЙ ФАКУЛЬТЕТ

**АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ
НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА**

Методичні вказівки
до лабораторних робіт для студентів
III курсу (денного відділення)
та V курсу (заочного відділення)
хімічного факультету
напряму підготовки 6.040101 – Хімія
освітньо-кваліфікаційного рівня бакалавр

Одеса
2013

УДК 543:504
ББК 24.4
Ч 343

Друкується за рішенням
Вченої ради хімічного факультету ОНУ
імені І. І. Мечникова
Протокол № 2 від 31 жовтня 2012 р.

Рецензенти:

А. Ф. Тимчук – кандидат хімічних наук, доцент кафедри фізичної та колоїдної хімії ОНУ імені І. І. Мечникова;

Н. М. Малахова – кандидат хімічних наук, доцент кафедри аналітичної хімії ОНУ імені І. І. Мечникова.

Чеботарьов О. М.

Ч 343 Аналітична хімія навколишнього середовища: методичні вказівки до лабораторних робіт для студентів III курсу (денного відділення) та V курсу (заочного відділення) хімічного факультету / Чеботарьов О. М., Щербакова Т. М., Гузенко О. М., Рахлицька О. М. – Одеськ. нац. ун-т імені І. І. Мечникова, 2013. – 58 с.

Методичні вказівки складено відповідно з програмою курсу «Аналітична хімія навколишнього середовища». Вони містять структуру, зміст навчальної дисципліни, теоретичні основи методів та методики виконання лабораторних робіт, призначені студентам III курсу (денного відділення) та V курсу (заочного відділення) хімічного факультету ОНУ імені І. І. Мечникова.

Можуть бути рекомендовані для студентів природничих факультетів при підготовці до занять за темами «Спектрофотометричний метод аналізу», «Титриметричний метод аналізу» та «Атомно-абсорбційний метод аналізу».

УДК 543:504
ББК 24.4

ЗМІСТ

<i>Вступ</i>	5
I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА»	6
1. Програма курсу «Аналітична хімія навколишнього середовища»	6
2. Завдання курсу	9
3. Структура та зміст навчальної дисципліни	10
4. Методи контролю знань	14
II. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ МЕТОДІВ ТА МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ	16
Застосування спектрофотометричного методу аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища 18	
<i>Лабораторна робота № 1</i>	22
Спектрофотометричне визначення нітритів у промислових водах за допомогою реактиву Грися	22
Контрольні питання до лабораторної роботи № 1	24
<i>Лабораторна робота № 2</i>	25
Спектрофотометричне визначення бісмуту з тіокарбамідом	25
Контрольні питання до лабораторної роботи № 2	26
<i>Лабораторна робота № 3</i>	27
Спектрофотометричне визначення нітрогену амонійного з реактивом Неслера	27
Контрольні питання до лабораторної роботи № 3	29

<i>Лабораторна робота № 4</i>	30
Спектрофотометричне визначення хрому(VI) у воді за допомогою 1,5-дифенілкарбазиду	30
Контрольні питання до лабораторної роботи № 4	32
<i>Лабораторна робота № 5</i>	33
Спектрофотометричне визначення купруму в питній воді з 4-(2-пириділазо)-резорцином (ПАР)	33
Контрольні питання до лабораторної роботи № 5	34
Застосування титриметричного аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища	35
<i>Лабораторна робота № 6</i>	44
Визначення амоніаку у повітрі.....	44
Контрольні питання до лабораторної роботи № 6	45
<i>Лабораторна робота № 7</i>	46
Визначення діоксиду карбону в ґрунті.....	46
Контрольні питання до лабораторної роботи № 7	47
<i>Лабораторна робота № 8</i>	48
Титриметричне визначення трилону Б в промислових водах.....	48
Контрольні питання до лабораторної роботи № 8	49
Застосування атомно-абсорбційного методу аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища	50
<i>Лабораторна робота № 9</i>	51
Полум'яний варіант атомно-абсорбційного визначення феруму у воді.....	51
Контрольні питання до лабораторної роботи № 9	52
Перелік питань до колоквиумів (усне опитування)	53
Перелік питань для підсумкового опитування	54
Рекомендована література	55

ВСТУП

Серед великої кількості проблем, які турбують сучасне суспільство, охорона навколишнього середовища займає одне з перших місць. Це пов'язано з тим, що антропогенні фактори в біогеохімічному круговороті багатьох токсичних для людини речовин сьогодні стали порівняними з природними. При цьому циркуляція чужорідних живим організмам хімічних сполук та їх транспорт по харчовим ланцюгам зросла вже до рівня, що загрожує здоров'ю сучасного та майбутніх поколінь.

В біосфері циркулює велика кількість ксенобіотиків техногенного походження, які мають значну токсичність. До них відносяться різні органічні сполуки, насамперед це поліхлорировані діоксини, дібензофурани та біфеніли, хлор- і фосфоровмісні пестициди, поліароматичні вуглеводороди, нітрозаміни, неорганічні речовини – меркурій, плумбум, кадмій, берилій, їх сполуки, радіонукліди та інші. Приймаючи до уваги, що відмічені речовини виявляють велику здібність до накопичення в живих організмах та передаються по трофічним ланцюгам, еколого-аналітичному моніторингу супертоксикантів сьогодні приділяється значна увага.

Хімічний склад об'єктів навколишнього природного середовища та наявність у водах, ґрунтах і повітрі речовин – забруднювачів і токсикантів характеризуються багатьма особливостями, зокрема зміною їх вмісту в часі та просторі, яка, в свою чергу, залежить від фізико – географічних, біологічних та значною мірою антропогенних факторів. Це зумовлює чимало труднощів на різних стадіях проведення еколого – аналітичного контролю за вмістом різноманітних інгредієнтів природного та антропогенного походження, включаючи етапи відбору проб, їх консервування та пробопідготовки, концентрування мікродомішок, усунення речовин, що заважають аналізу. Тому *метою курсу* є цілеспрямована підготовка кадрів, здатних забезпечувати професійний аналітичний контроль об'єктів навколишнього середовища.

I. СТРУКТУРА ТА ЗМІСТ НАВЧАЛЬНОЇ ДИСЦИПЛІНИ «АНАЛІТИЧНА ХІМІЯ НАВКОЛИШНЬОГО СЕРЕДОВИЩА»

1. Програма курсу «Аналітична хімія навколишнього середовища»

Модуль 1.

Змістовий модуль 1. Основи еколого-аналітичного моніторингу забруднювачів. Хімічний склад об'єктів природного середовища.

Тема 1. Предмет і задачі, основні поняття аналітичної хімії навколишнього середовища.

Актуальність проблем, які вирішує аналітична хімія навколишнього середовища. Поняття про ксенобіотики, еко-токсиканти, політанти. Основні види забруднювачів навколишнього середовища.

Тема 2. Основи еколого-аналітичного моніторингу забруднювачів.

Моніторинг. Головні задачі моніторингу. Категорії антропогенного впливу на біосферу. Джерела забруднювачів та їх форми міграції. Геохімічні аномалії. Види міграцій політантів. Токсичність. Гранично-допустимі концентрації (ГДК) забруднювачів.

Тема 3. Хімічний склад, класифікація та деякі властивості вод.

Кількісний та якісний склад природних вод. Основні показники якості води. Прямі і непрямі фактори, які впливають на формування хімічного складу природних вод. Характеристика питних, лікувальних, технічних та стічних вод.

Тема 4. Особливості хімічного складу підземних, морських та океанських вод.

Діапазон вмісту солей в підземних, морських та океанських водах. Гази, які присутні в підземних, морських та океанських водах. Надходження солей у води морів та океанів.

нів. Втрати солей. Головні компоненти підземних, морських та океанських вод. Середня солоність океанів і морів. Розчинені гази підземних, морських та океанських вод, вміст та джерела надходження.

Тема 5. Хімічний склад повітря, атмосферних опадів, ґрунтів та донних відкладень.

Атмосфера. Постійні складові частини повітря. Аерозолі. Джерела забруднення повітряного басейну. Фактори, які впливають на концентрацію атмосферних забруднень. Хімічний склад ґрунтів. Фізичні властивості ґрунтів. Склад основних компонентів ґрунтів і донних відкладень. Показники, які характеризують вміст доступних для рослин хімічних інгредієнтів. Проникнення важких металів у ґрунти.

Змістовий модуль 2. Характеристика методів і особливості аналізу об'єктів навколишнього середовища. Відбір проб об'єктів навколишнього середовища.

Тема 1. Загальна характеристика методів аналізу об'єктів навколишнього середовища.

Види і способи титриметричного аналізу, які застосовуються при дослідженні об'єктів навколишнього середовища. Методи атомного і молекулярного спектрального аналізу, які застосовуються при дослідженні об'єктів навколишнього середовища. Використання хроматографії, потенціометрії, люмінесценції, гравіметрії в аналізі об'єктів навколишнього середовища.

Тема 2. Загальна характеристика проби об'єктів навколишнього середовища.

Представницька проба. Генеральна, лабораторна і проба, що аналізується. Основні принципи відбору проб. Пробовідбірники.

Тема 3. Відбір проб води.

Частота відбирання проб. Об'єм проб води. Відбір проб води з річок, озер, ставків. Посуд для відбору і зберігання проб води. Консервування, транспортування проб води.

Тема 4. Відбір проб повітря.

Вимоги до методів контролю вмісту шкідливих речовин в повітрі. Відбір проби з потоку повітря. Леткість. Поглинальні пристрої, сорбенти та фільтруючі матеріали. Аспіраційні прилади.

Тема 5. Відбір проб ґрунтів та донних відкладень.

Розрахунок оптимальної маси проби. Розподільча здатність забруднювачів ґрунтів. Схема розташування точок відбору твердих проб. Гомогенізація та усереднення проби.

Тема 6. Відбір біопроб та харчових продуктів.

Особливості відбору та зберігання біопроб. Втрати і забруднення при відборі проб.

Модуль 2.

Змістовий модуль 3. Підготовка проби об'єкту навколишнього середовища до аналізу.

Тема 1. Основні стадії підготовки проби до аналізу.

Висушування зразків. Способи вилучення забруднювачів: термодеструкція, рідинна екстракція, екстракція субкритичною водою, надкритична флюїдна екстракція, екстракція в мікрохвильовому полі, парофазовий аналіз.

Тема 2. Види розкладання зразків проб об'єктів навколишнього середовища.

Термічне розкладання: піроліз, сухе озолення; переваги і недоліки. Сплавлення. Спікання. Мокра мінералізація зразків.

Тема 3. Розкладання проб об'єктів навколишнього середовища у закритому посуді під впливом фізичних факторів.

Розкладання проби в автоклавах: переваги і недоліки. Розкладання проби під впливом акустичного поля (ультразвуку). Фоторозкладання. Мікрохвильове розкладання проби: переваги і недоліки.

Тема 4. Методи розділення і концентрування, які застосовуються при підготовці проб об'єктів навколишнього середовища до аналізу.

Фактори, які обумовлюють необхідність розділення і концентрування при аналізі проб. Основні види розділення і концентрування, які застосовуються при аналізі об'єктів навколишнього середовища та їх застосування до аналізу певних об'єктів. Загальна характеристика випаровування, виморожування та відгонки. Застосування осадження і співосадження при аналізі.

Тема 5. Методи розділення і концентрування, які базуються на розподілі речовин між двома фазами. Маскування компонентів, які заважають аналізу.

Загальна характеристика сорбції, застосування. Види і характеристика хроматографічних методів, які застосовуються при аналізі об'єктів навколишнього середовища. Екстракція: основні поняття, умови, кількісні характеристики, застосування. Види маскування, основні групи маскуючих речовин.

2. Завдання курсу

До основних завдань курсу відносять:

- формування у студентів-хіміків уявлення про різноманітність речовин - забруднювачів і токсикантів, складність їх визначення, зміну їх вмісту в часі та просторі;
- ознайомлення з хімічним складом поверхневих та підземних вод суші, океанів, атмосферних опадів, повітря, ґрунтів;
- ознайомлення з правилами відбору проб води, повітря та ґрунту; розкладу зразків об'єктів навколишнього середовища і підготовки їх до аналізу;
- розгляд та порівняння хімічних, фізико-хімічних та

фізичних методів аналізу, які використовуються при дослідженні хімічного складу об'єктів навколишнього природного середовища, а також методів концентрування і розділення;

- отримання студентами практичних навичок визначення забруднювачів різноманітної природи у об'єктах навколишнього середовища.

У результаті вивчення курсу студенти повинні *знати* класифікацію, хімічний склад та властивості природних вод, повітря, атмосферних опадів, ґрунтів та донних відкладень; відбір та підготовку проб до аналізу; методи та особливості аналізу об'єктів природного середовища.

Теоретичні знання повинні дозволити студентам на практиці відповідно до методик *вміти* відбирати зразки вод, повітря, ґрунтів; проводити розклад зразка; при необхідності концентрувати і розділяти компоненти проби; вибрати оптимальну методику визначення інгредієнтів.

3. Структура та зміст навчальної дисципліни

Назви змістових модулів і тем
Модуль 1. Змістовий модуль I. Основи еколого-аналітичного моніторингу забруднювачів. Хімічний склад об'єктів природного середовища.
Тема 1. Предмет і задачі, основні поняття аналітичної хімії навколишнього середовища.
Тема 2. Основи еколого-аналітичного моніторингу забруднювачів.
Тема 3. Хімічний склад, класифікація та деякі властивості вод.
Тема 4. Особливості хімічного складу підземних, морських та океанських вод.

Тема 5. Хімічний склад повітря, атмосферних опадів, ґрунтів та донних відкладень.
Змістовий модуль II. Характеристика методів і особливості аналізу об'єктів навколишнього середовища. Відбір проб об'єктів навколишнього середовища.
Тема 6. Загальна характеристика методів аналізу об'єктів навколишнього середовища.
Тема 7. Загальна характеристика проби об'єктів навколишнього середовища.
Тема 8. Відбір проб води.
Тема 9. Відбір проб повітря.
Тема 10. Відбір проб ґрунтів та донних відкладень.
Тема 11. Відбір біопроб та харчових продуктів.
Модуль 2.
Змістовий модуль III. Підготовка проби об'єкта навколишнього середовища до аналізу.
Тема 12. Основні стадії підготовки проби до аналізу.
Тема 13. Види розкладання зразків проб об'єктів навколишнього середовища.
Тема 14. Розкладання проб об'єктів навколишнього середовища у закритому посуді під впливом фізичних факторів.
Тема 15. Методи розділення і концентрування, які застосовуються при підготовці проб об'єктів навколишнього середовища до аналізу.
Тема 16. Методи розділення і концентрування, які базуються на розподілі речовин між двома фазами. Маскування заважаючих аналізу компонентів.

№ п/п	Назва лабораторної роботи
1.	Спектрофотометричне визначення нітритів у промислових водах за допомогою реактиву Грися.
2.	Спектрофотометричне визначення бісмуту з тіокарбамідом у водах.
3.	Спектрофотометричне визначення азоту амонійного з реактивом Неслера у водах.
4.	Спектрофотометричне визначення хрому(VI) у поверхневих водах за допомогою 1,5-дифенілкарбазиду.
5.	Спектрофотометричне визначення купруму в питній воді з 4-(2-пириділазо)-резорцином.
6.	Титриметричне визначення трилону-Б в промислових водах.
7.	Визначення амоніаку у повітрі.
8.	Визначення діоксиду карбону в ґрунті.
9.	Полум'яний варіант атомно-абсорбційного визначення феруму у воді.

№ п/п	Назва теми самостійної роботи студента
1.	Підготовка і методика виконання вимірювань при контролі за якістю об'єктів навколишнього середовища.
2.	Загальна схема аналізу об'єктів природного середовища, згідно їх агрегатного стану.

3.	Класифікація і характеристика методик аналізу. Хімічні методи. Фізико-хімічні методи. Фізичні методи. Біологічні і біохімічні методи. Гібридні методи.
4.	Параметри якості атмосферного повітря і відповідний контроль.
5.	Особливості відбору проб атмосферного повітря.
6.	Перелік твердих адсорбентів та їх характеристики.
7.	Аналіз повітря. Визначення газоподібних шкідливих речовин за допомогою індикаторних трубок.
8.	Автоматичні засоби контролювання якісного і кількісного складу атмосфери. Газоаналізатори.
9.	Вимірювання концентрації пилу в атмосфері, способи і методи.
10.	Особливості контролювання якості води. Значення ГДК деяких показників якості джерел водопостачання.
11.	Відбір проб води. Способи консервування і умови зберігання проб питної води.
12.	Контролювання якості ґрунту згідно його фізико-хімічного і природного походження.
13.	Санітарні норми допустимих концентрацій хімічних речовин у ґрунті.
14.	Класи небезпеки хімічних речовин у ґрунті. Орієнтовно допустимі концентрації пестицидів у ґрунті.
15.	Відбір проб ґрунту. Процеси і показники ґрунтового моніторингу.
16.	Підготовка і аналізування проб ґрунту.

№ п/п	Назва теми індивідуальної роботи студента
1.	Хімічні катастрофи та екологічні наслідки.
2.	Основні джерела надходження Плюмбуму, Меркурію і Кадмію в організм людини. Методи визначення.
3.	Особливості аналізу забруднень атмосфери твердими і газоподібними речовинами.
4.	Загальна схема моніторингу довкілля; державна аналітична служба.
5.	Аналітична хімія природних і промислових стічних вод.

4. Методи контролю знань

Поточний контроль рівня знань студентів здійснюється шляхом:

- опитування студентів на лабораторних заняттях;
- контролю знань з кожного змістового модуля;
- оцінювання письмових контрольних робіт;
- оцінювання якості виконання та теоретичного осмислення лабораторних робіт;
- тестового контролю.

Якість засвоєння студентом дисципліни оцінюється за 100 – бальною шкалою. З них: 100 рейтингових балів становить максимальна оцінка навчальної роботи студента протягом семестру, 15 рейтингових балів – максимальна оцінка на підсумковому тестуванні.

Мінімальна сума балів з предмету за семестр становить 60 балів, як для заліку, так і для іспиту.

Шкала оцінювання: національна та ECTS

Сума балів за всі види навчальної діяльності	Оцінка ECTS	Оцінка за національною шкалою	
		для екзамену	для заліку
90 – 100	A	відмінно	зараховано
85-89	B	добре	
75-84	C		
70-74	D	задовільно	
60-69	E		
35-59	FX	незадовільно з можливістю повторного складання	не зараховано з можливістю повторного складання
0-34	F	незадовільно з обов'язковим повторним вивченням дисципліни	не зараховано з обов'язковим повторним вивченням дисципліни

II. ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ МЕТОДІВ ТА МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ

Правила оформлення лабораторних робіт

Після ознайомлення з теоретичними основами методу та правилами техніки безпеки виконання лабораторної роботи в робочий зошит записують методику експерименту, хімічні рівняння реакцій в молекулярному, повному і скороченому іонному вигляді, всі отриманні дані і спостереження, проведені розрахунки та результати статистичної обробки.

Опрацювання результатів хімічного аналізу

При проведенні експериментальних досліджень неодмінним супутником будь-яких вимірювань є, так звані, **похибки (помилки)**.

Найбільш поширені варіанти класифікації похибок є наступні:

- 1) **за способом обчислення** – *абсолютні* (наприклад, стандартне відхилення) і *відносні* (наприклад, відносне стандартне відхилення, процентна помилка) похибки;
- 2) залежно від **характеру причин**, які їх викликають – *випадкові, систематичні похибки та промахи*;
- 3) **за джерелами походження** – *інструментальні, реактивні, методичні, похибки пробовідбору* тощо (наприклад, індикаторна помилка, помилка співосадження і таке інше);
- 4) залежно від того, **завищують або занижують** результат вимірювання порівняно з дійсним або середнім значенням, їх можна підрозділити на *додатні* та *від'ємні*.
- 5) **за типом зв'язку** між похибкою і вимірюваною величиною розрізняють *постійні*, значення яких не залежить від самої вимірюваної величини, і *пропорційні похибки*, значення яких пропорційно вимірюваній величині.

При виконанні експериментальної роботи, величину аналітичного сигналу кожного (i -того) зразка вимірюють декілька разів у ідентичних умовах, тобто є n паралельних вимірювань. Усі ці данні обробляють з використанням методу математичної статистики, за допомогою якої розраховують основні характеристики вибіркової сукупності за нижче наведеними формулами.

Середнє для вибірки з n результатів	$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n}.$
Дисперсія, що характеризує розсіювання результатів відносно середнього	$V = \frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}.$
Стандартне відхилення	$s = \sqrt{V} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}}.$
Відносне стандартне відхилення	$S_r = \frac{s}{\bar{x}}.$
Величина довірчого інтервалу	$x - x_{icm} = \pm \frac{t_{P,f} s}{\sqrt{n}},$

де $t_{P,f}$ – розподіл Стюдента; s – стандартне відхилення вимірюваної величини, яке розраховано для вибіркової сукупності з n значень ($f = n - 1$); P – довірча вірогідність (звичайно приймають рівної 0,95); x_{icm} – істинне значення величини, що визначається.

Значення f для різних довірчих інтервалів вірогідності

Довірча вірогідність	Число ступенів свободи									
	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10
0,90	6,31	2,92	2,35	2,13	2,02	1,94	1,90	1,86	1,83	1,81
0,95	12,7	4,30	3,18	2,78	2,57	2,45	2,37	2,31	2,26	2,23
0,99	63,6	9,93	5,84	4,60	4,03	3,71	3,50	3,36	3,25	3,17
0,999	636	31,6	12,9	8,61	6,86	5,96	5,41	5,04	4,78	4,59

Застосування спектрофотометричного методу аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища

Колориметричні, фотоколориметричні та спектрофотометричні методи аналізу засновані на вимірюванні інтенсивності електромагнітного випромінювання (далі по тексту світла), яке пройшло крізь забарвлений розчин. В колориметрії та фотоколориметрії світло – поліхроматичне, в спектрофотометрії – монохроматичне (випромінювання певної довжини хвилі). При проходженні крізь забарвлений розчин монохроматичного випромінювання з інтенсивністю (I_0), частина його поглинається (I_p), (якщо розчин прозорий, не містить осаду, то світло практично не розсіюється, тобто $I_p = 0$), а частина проходить крізь розчин (I), при цьому інтенсивність світла зменшується в I_0/I раз. Логарифм відношення початкової інтенсивності світла (I_0) до інтенсивності світла, що пройшло крізь усю товщу забарвленого розчину (I) називається оптичною густиною $A = \lg I_0/I$.

Залежність оптичної густини (A) забарвленого розчину від концентрації речовини (C , моль/л) та товщини поглинаючого шару (l , см) визначається основним законом світлопоглинання Бугера – Ламберта – Бера:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot C,$$

де ε – молярний коефіцієнт світлопоглинання, величина якої постійна для кожної речовини і залежить від її природи, температури та довжини хвилі монохроматичного випромінювання. Молярним коефіцієнтом світлопоглинання називають оптичну густину розчину з концентрацією 1 моль/л при товщині поглинаючого шару 1 см. Чим більше значення ε , тим меншу концентрацію можна визначити (більша чутливість визначення).

Для фотометричного визначення необхідно:

- вибрати реагент для утворення забарвленої сполуки. Для цього потрібно, щоб продукт реакції мав незмінний склад, який би відповідав певній хімічній формулі, був стійкий та не змінював свій колір у часі; розчини повинні бути прозорими та забарвленими з максимальним значенням ε ;
- вибрати довжину хвилі $\lambda_{\text{опт}}$ або відповідний світлофільтр. Для цього реєструють спектри поглинання, які характеризують розподіл поглинаючої здатності розчину залежно від довжини хвилі $A=f(\lambda)$ (див. графічну залежність на *рис. 1*);
- вибрати товщину кювети, так щоб значення A не перевищували $0,5 \div 0,6$.

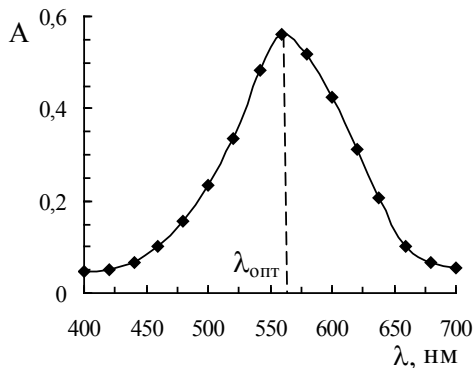


Рис. 1. Спектр поглинання.

Поглинання світла вимірюють на фотоелектроколориметрах або спектрофотометрах. Кількісне визначення проводять за *методом градуувального графіку*. Для цього готують серію стандартних розчинів з відомими концентраціями досліджуваної речовини, додають необхідні реагенти та вимірюють оптичну густину цих розчинів при оптимальних $\lambda_{\text{опт}}$ та l кювети відносно розчину порівняння (холостого розчину). В якості розчину порівняння використовують дистильовану воду (якщо всі реагенти не забарвлені) або розчин, який містить всі реагенти крім досліджуваного. Будують градуувальний графік в координатах $A = f(C)$ та визначають концентрацію речовини у досліджуваному розчині C_x , за допомогою попередньо обмірюваної величини оптичної густини (A_x) цього розчину (див. графічну залежність на *рис. 2*).

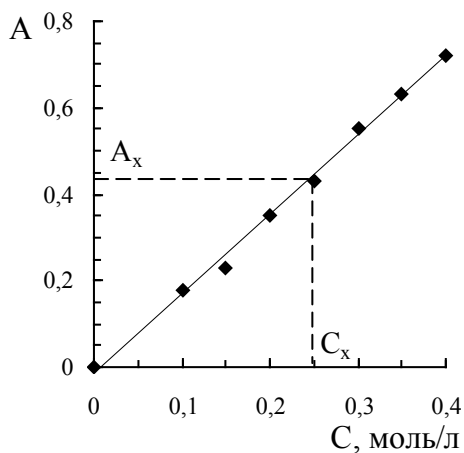


Рис. 2. Градуувальний графік.

Опрацювання результатів хімічного аналізу за методом найменших квадратів (МНК)

При будіванні градуовального графіку за допомогою зразків порівняння, може спостерігатися значна розбіжність результатів вимірювань, особливо при визначенні дуже малих концентрацій речовин. У зв'язку з цим, побудову градуовального графіку проводять за результатами обробки експериментальних даних за МНК.

У хімічному аналізі найчастіше використовують прямо-лінійні градуовальні графіки, які отримані для певного діапазону вмісту речовини та можуть бути описані рівнянням прямої виду $y = a + bx$. У наведеному рівнянні коефіцієнти a та b – це параметри прямої, які розраховуються за формулами:

$$b = \frac{n \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2};$$
$$a = \frac{\sum y_i \sum x_i^2 - \sum x_i \sum x_i y_i}{n \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2} = \frac{\sum y_i - b \sum x_i}{n},$$

де n – кількість зразків порівняння, що використані для побудови градуовального графіку; x_i та y_i – експериментальні значення, які відповідають концентраціям речовини у зразках порівняння та чисельним значенням оптичної густини розчинів.

Для градуовального графіку, якій проходить з початку координат та може бути описаний рівнянням $y = bx$, за МНК

коефіцієнт b дорівнює:
$$b = \frac{\sum x_i y_i}{\sum x_i^2}.$$

Лабораторна робота № 1

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРИТІВ У ПРОМИСЛОВИХ ВОДАХ ЗА ДОПОМОГОЮ РЕАКТИВУ ГРИСА

Принцип методу. Метод заснований на здатності нітрит – іонів давати інтенсивно забарвлені діазосполуки з первинними ароматичними амінами. При визначенні використовуються реакція із сульфанілової кислотою та альфанафтіламіном (реактив Гриса) з утворенням рожевого забарвлення, інтенсивність якого пропорційна вмісту нітритів у воді.

Визначенню заважають зважені речовини, мутність розчину, забарвлення води, а також сильні окисники та відновники. Звичайно зважені речовини, мутність і забарвленість усувають фільтруванням і коагулюванням. До 300 мл проби води додають 0,5 г активованого вугілля чи гідроксиду алюмінію (0,5 г чи 2–4 мл суспензії), перемішують, відстоюють 15–20 хв. і фільтрують через промитий дистильованою водою беззольний фільтр «синя стрічка». Вплив окисників та відновників у забруднених водах усувають відповідним розведенням проби дистильованою водою. Висока чутливість методу вимагає, щоб дистильована вода і всі реактиви не були забруднені нітритами.

Реактиви:

1. Реактив Гриса, сухий препарат;
2. Стандартні розчини натрію нітриту:

Основний розчин. У мірній колбі об'ємом 1 л у бідистильованій воді розчиняють 1,4970 г висушеного при 105°C натрію нітриту, доводять до мітки. У 1 мл міститься 1 мг NO_2^- . Розчин консервують, додаючи 1–2 мл хлороформу.

Робочий розчин. Готують розведенням основного розчину бідистильованою водою в мірній колбі спочатку в 100 разів, а потім отриманий розчин ще в 10 разів. У отри-

маному розчині міститься 1мкг/мл NO_2^- . Застосовують свіжоприготовленим.

Хід визначення

У мірну колбу об'ємом 25 мл поміщають досліджувану воду, додають 0,1 г сухого реактиву Грися і перемішують. Забарвлення з'являється через 40 хв. (або через 10 хв. при нагріванні на водяній бані при 50–60°C).

Через 40 хв. (або 10 хв.) за допомогою фотоколориметру визначають оптичну густина розчину у кюветах з товщиною оптичного шару 2–5 см із зеленим світлофільтром ($\lambda = 530$ нм). У якості розчину порівняння використовують дистильовану воду з додаванням реактиву Грися.

Вміст нітритів у аналізованій пробі (мкг) знаходять за допомогою градуювального графіку.

Побудова градуювального графіку

У ряд мірних колб об'ємом 25 мл вносять робочий стандартний розчин нітритів у кількості 0 – 0,5 – 1,0 – 1,5 – 2,0 – 3,0 мл. У колби доливають дистильовану воду до мітки і додають 0,1 г реактиву Грися, як при аналізі проби, перемішують та через 40 хв. (або через 10 хв. при нагріванні розчинів на водяній бані) вимірюють оптичну густина проб при вказаних умовах. Будують градуювальний графік у координатах: оптична густина – вміст нітритів (мкг).

Кількісний вміст нітритів (Q_x , мкг) у пробі розраховують за формулою:

$$Q_x = C_x \cdot V_{\text{проби}} ,$$

де C_x – концентрація нітритів у пробі, знайдена за допомогою градуювального графіку, мкг/мл; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, узятої для аналізу, мл.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 1

1. Сформулюйте основний закон світлопоглинання і запишіть його математичний вираз.
2. За якими критеріями можна оцінити специфічність реагенту для спектрофотометричного визначення?
3. На чому засновано спектрофотометричне визначення нітритів за допомогою реактиву Грися?
4. Які речовини заважають визначенню нітритів в водах за допомогою реактиву Грися?
5. Як готують стандартні розчини натрію нітриту?
6. Як проводиться побудова градуувального графіку при визначенні нітритів з використанням методу найменших квадратів?
7. Як розрахувати кількісний вміст нітритів в водах?

Лабораторна робота № 2 СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ БІСМУТУ З ТІОКАРБАМІДОМ

Гранично-допустима концентрація бісмуту у воді водопроводу – 0,1 мг/л, що лімітує санітарно-токсикологічний показник шкідливості.

Принцип методу. Метод заснований на взаємодії бісмуту з тіокарбамідом у кислому середовищі з утворенням комплексної сполуки жовтого кольору, інтенсивність забарвлення якої пропорційна вмісту бісмуту.

Межу виявлення 0,1 мг/л можна досягнути попереднім концентруванням бісмуту в пробі випаровуванням. Діапазон вимірюваних кількостей 0,05÷0,25 мг.

Реактиви:

1. Нітратна кислота, розведена (1:1).
2. Тіокарбамід, 9% водний розчин.
3. Стандартні розчини бісмуту(III):

Основний розчин. У мірній колбі місткістю 1 л у 20 мл HNO_3 розведеної (1:1) розчиняють 0,2321 г бісмуту нітрату $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ чи 0,1115 г бісмуту(III) оксиду Bi_2O_3 та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. У 1 мл міститься 0,1 мг бісмуту(III). Термін збереження розчину 3 місяці.

Робочий розчин. Готують розведенням основного в 10 разів. У 1мл міститься 0,01 мг бісмуту(III). Застосовують свіжоприготовленим.

Хід визначення

Пробу води 500 мл випаровують до об'єму приблизно 20–30 мл. Переносять концентрат у мірну колбу об'ємом 50 мл, додають 6 мл розведеної (1:1) нітратної кислоти, 10 мл 9% тіокарбаміду, розбавляють дистильованою водою до мітки і перемішують. Вимірюють оптичну густину проби при до-

вжині хвилі $\lambda = 440$ нм з товщиною оптичного шару 2–5 см відносно холостого розчину. Вміст бісмуту(III) знаходять за допомогою градуювального графіку.

Побудова градуювального графіку

У мірні колбі об'ємом 50 мл вносять 0 – 5 – 10– 15 – 20 – 25 мл робочого стандартного розчину бісмуту(III). Додають дистильовану воду і проводять визначення, як при аналізі проби води.

Будують градуювальник графік у координатах оптична густина – вміст бісмуту(III).

Вміст бісмуту(III) (Q_x , мг) розраховують за формулою:

$$Q_x = C_x \cdot V_{\text{проби}}$$

де C_x – концентрація бісмуту(III) у пробі, знайдена за допомогою градуювального графіку, мг/мл; Q_x – вміст бісмуту(III), мг; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, узятій для аналізу, мл.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 2

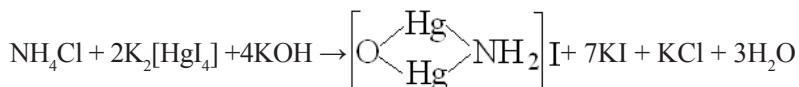
1. Дайте визначення молярного коефіцієнта світлопоглинання.
2. Приведіть загальний вигляд спектру поглинання.
3. Які основні типи реакцій використовують у спектрофотометричному методі аналізу? Які вимоги до таких реакцій?
4. На чому засновано спектрофотометричне визначення бісмуту(III) з тіокарбамідом?
5. Як готують стандартні розчини бісмуту(III)?
6. Як проводиться побудова градуювального графіку при визначенні бісмуту(III)?
7. Як розрахувати кількісний вміст бісмуту(III)?

Лабораторна робота № 3

СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ НІТРОГЕНУ АМОНІЙНОГО З РЕАКТИВОМ НЕСЛЕРА

Гранично допустима концентрація амоніаку й іонів амонію у воді водоймищ – 2 мг/л по азоту (чи 2,6 мг/л у вигляді іону NH_4^+), що лімітує санітарно-токсикологічний показник шкідливості.

Принцип методу. Метод заснований на здатності амоніаку (вільний амоніак та іони амонію) утворювати з лужним розчином меркурію(I) йодиду (реактив Неслера) забарвлену в жовтий колір сполуку йодиду меркурамонію.



При низькій концентрації амоніаку й іонів амонію одержують колоїдний розчин, придатний для фотометрування. При великому вмісті амоніаку (>3 мг/л) випадає бурий осад, у цьому випадку визначення необхідно проводити після розведення проби водою, яка не містить амоніаку. Межа виявлення 0,05 мг (NH_4^+)/л.

Проведенню аналізу заважають аміни, хлораміни, ацетон, альдегіди, спирти й інші органічні сполуки, що реагують з реактивом Неслера. У їхній присутності амоніак виявляють тільки після його попереднього відгону. Вплив твердості води усувають, додаючи розчин сегнетової солі.

Реактиви:

1. Вода, яка не містить амоніаку. Усувають сліди амоніаку пропусканням дистильованої води через катіонит у H^+ -формі або активоване вугілля. Перевіряють на наявність амоніаку розчином Неслера. Таку воду застосовують для приготування реактивів і розведення проби.
2. Реактив Неслера.

3. Тартрат калію – натрію (сегнетова сіль), 50% розчин. У воді, яка не містить амоніаку, при нагріванні розчиняють 50 г $\text{KNaC}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$, доводять об'єм до 100 мл і фільтрують. Додають 6 мл реактиву Неслера. Після просвітлення і перевірки на повноту осадження амоніаку реактив є готовим до використання.
4. Алюмінію гідроксид, суспензія для коагуляції.
5. Фосфатний буферний розчин, рН 7,4. У воді, яка не містить амоніаку, розчиняють 14,3 г калію дигідроортофосфату KH_2PO_4 і 90,15 г калію гідроортофосфату $\text{K}_2\text{HPO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$. Після розчинення солей об'єм розчину доводять до 1 л.
6. Стандартні розчини амонію хлориду:
Основний розчин. Амонію хлорид NH_4Cl висушують до постійної маси при 100–105°C. Розчиняють 2,9654 г солі в дистильованій воді, яка не містить амоніаку, в мірній колбі місткістю 1 л і доводять об'єм до мітки тією ж водою, додають 2 мл хлороформу. Вміст іонів амонію (NH_4^+) складає – 1 мг/мл.
Робочий розчин. Розбавляють 0,5 мл основного розчину в мірній колбі місткістю 50 мл водою, яка не містить амоніаку, до мітки. Вміст іонів амонію (NH_4^+) в цьому розчині складає – 0,01 мг/мл. Розчин використовують свіжоприготовленим.

Хід визначення

У мірну колбу об'ємом 25 мл вносять пробу води, доливають 1 мл 50%-ного розчину калію-натрію тартрату і 1 мл реактиву Неслера, перемішують. Через 10 хвилин реєструють значення оптичної густини розчинів у кюветах з товщиною оптичного шару 1 см з фіолетовим світлофільтром ($\lambda = 440$ нм) відносно води, яка не містить амоніаку, у яку додані відповідні реактиви. Забарвлення розчину є стійким протягом 1 години. Вміст іонів амонію (мг) знаходять за градувальним графіком.

Побудова градуувального графіку

У ряд мірних колб об'ємом 25 мл вносять: 0 – 1,0 – 2,0 – 4,0 – 6,0 – 8,0 – 10,0 – 12,0 мл робочого розчину амонію хлориду. Доводять об'єм водою, яка не містить амоніаку, до мітки і додають реактиви, як і при аналізі проби. Фіксують значення оптичної густини через 10 хвилин після додавання реактиву Неслера. Градуувальний графік будують у координатах оптична густина (А) – концентрація іонів амонію ($C(\text{NH}_4^+)$, мг/мл).

Вміст іонів амонію (Q_x , мг) розраховують за формулою:

$$Q_x = C_x \cdot V_{\text{проби}},$$

де C_x – концентрація іонів амонію у пробі, знайдена за допомогою градуувального графіку, мг/мл; Q_x – вміст іонів амонію, мг; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, узятій для аналізу, мл.

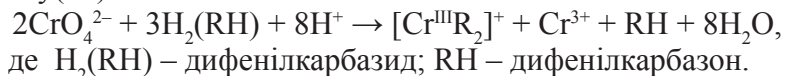
Контрольні питання до лабораторної роботи № 3

1. Які умови потрібно виконувати для спектрофотометричного визначення речовини?
2. Чому дорівнює гранично допустима концентрація амоніаку й іонів амонію у воді водоймищ?
3. На чому засновано спектрофотометричне визначення нітрогену амонійного з реактивом Неслера?
4. Які речовини заважають визначенню нітрогену амонійного з реактивом Неслера?
5. Як готують стандартні розчини амонію хлориду?
6. В чому полягає хід визначення нітрогену амонійного з реактивом Неслера?
7. Як проводиться побудова градуувального графіку при визначенні нітрогену амонійного?
8. Як розрахувати кількісний вміст іонів амонію?

Лабораторна робота № 4 СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ХРОМУ(VI) У ВОДІ ЗА ДОПОМОГОЮ 1,5-ДИФЕНІЛКАРБАЗИДУ

Гранично припустима концентрація у воді водоймищ хрому(VI) – 0,05 мг/л, що лімітує санітарно-токсикологічний показник шкідливості.

Принцип методу. Метод заснований на взаємодії хроматів і біхроматів у кислому середовищі з 1,5-дифенілкарбазидом з утворенням червоно-фіолетової комплексної сполуки, у якій хром міститься у відновленій формі у вигляді хрому(III).



При аналізі води в одній пробі визначають тільки хром(VI), а в інший – сумарний вміст хрому(VI) і хрому(III) після його окислювання. По різниці результатів знаходять вміст хрому(III).

Проведенню аналізу хрому даним методом заважають присутні у високих концентраціях (більш 200 мг/л) меркурій(II), ванадій і молібден(VI), ферум (більш 1 мг/л). Вплив феруму частково усувають додаванням ортофосфатної кислоти. У присутності великих кількостей мангану при окислюванні персульфатом осаджується манган діоксид.

Реактиви:

1. Бідистильована вода (для приготування реактивів);
2. Сульфатна кислота, розведена 1:1;
3. Дифенілкарбазид, 0,5% розчин в ацетоні (застосовують свіжоприготовленим);
5. Біхромат калію:

Стандартний розчин, з вмістом хрому(VI) – 1 мг у 1 мл готують розчиненням наважки калію біхромату – 2,8289 г в 1 л бідистильованої води.

Робочий розчин I, готують розведенням 25 мл стандартного розчину бідистильованою водою до 500 мл. В 1 мл міститься 0,05 мг хрому(VI).

Робочий розчин II, готують розведенням 20 мл робочого розчину I бідистильованою водою до 500 мл; 1 мл містить 2,00 мкг хрому(VI).

Хід визначення

У мірну колбу місткістю 50 мл вміщують пробу води, додають до неї 1 мл сульфатної(VI) кислоти (1:1) і 3 мл фосфатної(V) кислоти, доводять до мітки бідистильованою водою, перемішують. Додають 1 мл 0,5% дифенілкарбазиду і знову перемішують. Через 5–10 хвилин реєструють величину оптичної густини із зеленим світлофільтром ($\lambda = 540$ нм), у кюветах з товщиною оптичного шару 3 см, відносно бідистильованої води, проведеної через весь хід аналізу.

Концентрацію хрому встановлюють графічним шляхом за допомогою градуувального графіку.

Побудова градуувального графіку

У ряд мірних колб (50 мл) вносять по 0 – 2,5 – 5,0 – 7,5 – 10,0 – 12,5 мл робочого стандартного розчину II, та проводять визначення вищеописаним способом. Будують градуувальний графік у координатах оптична густина – концентрація хрому(VI) (мкг/мл).

Загальний вміст хрому(VI) (Q_x , мкг) обчислюють за формулою:

$$Q_x = C_x \cdot V_{\text{проби}}$$

де C_x – концентрація хрому(VI), знайдена за графіком, мкг/мл; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, узятій для аналізу, мл.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 4

1. Як кількісно визначити речовину за допомогою спектрофотометричного аналізу?
2. Які основні причини відхилення від основного закону світлопоглинання та засоби їх мінімізації.
3. Чому дорівнює гранично допустима концентрація хрому(VI) у воді водоймищ?
4. На чому засновано спектрофотометричне визначення хрому(VI) у водах за допомогою 1,5-дифенілкарбазиду?
5. Як готують стандартні розчини хрому(VI)?
6. Як проводиться побудова градувального графіку при визначенні хрому(VI)?
7. Як розрахувати кількісний вміст хрому(VI) у водах?

Лабораторна робота № 5 **СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ** **КУПРУМУ В ПИТНІЙ ВОДІ З** **4-(2-ПИРИДІЛАЗО)-РЕЗОРЦИНОМ (ПАР)**

Принцип методу. Метод заснований на взаємодії купруму(II) з 4-(2-пириділазо)-резорцином у слабкокислому середовищі з утворенням комплексної сполуки складу 1:2 з максимальним поглинанням при $\lambda = 540$ нм.

Реактиви:

1. ПАР – 0,1% водний розчин.
2. Лимона кислота – 10% водний розчин.
3. Ацетатний буферний розчин, рН = 4,8.

В 500 мл дистильованої води розчиняють 136 г натрію ацетату (х.ч.), доливають 57 мл крижаної оцтової кислоти (х.ч.) і доводять об'єм до 1 л дистильованою водою.

4. Розчин купруму(II) концентрацією 0,025 мг/мл.

Хід визначення

До 50 мл проби води, що аналізують, додають 0,5 мл розчину лимонної кислоти, 5 мл ацетатного буферного розчину та 0,5 мл розчину ПАР. Перемішують та через 15 хвилин фотометрують при $\lambda = 540$ нм (товщина оптичного шару 1 см або 2 см). Розчином порівняння є 50 мл дистильованої води, яка містить всі реагенти. Концентрацію купруму(II) знаходять за допомогою градуювального графіку.

Побудова градуювального графіку

В ряд мірних колб місткістю 25 мл послідовно вносять: 0 – 0,25 – 0,5 – 0,75 – 1,0 – 1,5 мл розчину купруму(II) з концентрацією 0,025 мг/мл (стандартний розчин), додають 0,5 мл лимонної кислоти, 2,5 мл ацетатного буферного роз-

чину, доводять до мітки дистильованою водою і додають 0,5 мл ПАР. Реєструють значення оптичної густини за допомогою спектрофотокolorиметра при вищенаведених умовах. За отриманими даними будують графічну залежність у координатах: оптична густина – концентрація купруму(II).

Кількісний вміст купруму(II) (Q_x , мг) визначають за формулою:

$$Q_x = C_x \cdot V_{\text{проби}}$$

де C_x – концентрація купруму(II), яка знайдена за допомогою градуювального графіку, мг/мл; $V_{\text{проби}}$ – об'єм проби, взятої до аналізу, мл.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 5

1. Як кількісно визначити речовину за допомогою спектрофотометричного аналізу?
2. Як обрати оптимальну довжину хвилі в спектрофотометричному аналізі?
3. На чому засновано спектрофотометричне визначення купруму(II) в питній воді з 4-(2-пириділазо)-резорцином?
4. Як готують ацетатний буферний розчин з рН = 4,8?
5. В чому полягає хід визначення купруму(II) в питній воді з 4-(2-пириділазо)-резорцином?
6. Як проводиться побудова градуювального графіку при визначенні купруму(II)?
7. Як розрахувати кількісний вміст купруму(II) у водах?

Застосування титриметричного аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища

Титриметричний аналіз є розділом кількісного аналізу, який полягає у вимірюванні об'ємів розчинів двох реагуючих речовин в момент їх стехіометричності, при умові що концентрація одного з розчинів відома.

Розчини, концентрація яких відома з точністю до четвертого знаку після коми, мають назву *стандартні*. Вони поділяються на *первинні* та *вторинні*.

Первинними стандартами – називають розчини, які можливо приготувати з наважки (взятої з точністю до четвертого знаку після коми) або з використанням фіксаналу, та які не змінюють свою концентрацію довгий час.

Вихідні речовини для приготування первинних стандартів повинні відповідати таким *вимогам*:

- відповідність реального складу речовини її хімічній формулі;
- розчини повинні бути стійкими і концентрація таких розчинів не повинна змінюватись при зберіганні;
- вихідна речовина повинна повністю реагувати з робочим розчином у відповідності з рівнянням реакції;
- бажано, щоб вихідні речовини мали велику молярну масу еквівалента. У цьому випадку доводиться брати досить велику наважку препарату, внаслідок чого зменшується відносна похибка, пов'язана з неточністю зважування.

Існує порівняно невелика кількість хімічних сполук, які повністю відповідають усім переліченим вище вимогам. До них належать, наприклад, такі речовини, як натрію тетраборат, щавлева кислота, магнію сульфат та деякі інші.

Стандарт-титр (фіксанал) – це запаяна у скляну ампулу точна наважка сухої речовини (або точно вимірянний об'єм розчину речовини). Стандарт-титри виготовляють у спеціальних лабораторіях.

Вторинні стандарти (робочі розчини) – це розчини, які не відповідають хоч одній з наведених вище умов. Їх готують приблизно, а потім встановлюють точну концентрацію, тобто стандартизують, за відповідним первинним стандартом.

Частина розчину, яку відбирають мірною піпеткою, має назву **аліквотна частина** або **аліквота**.

Перед початком роботи бюретку та мірну піпетку ретельно миють дистильованою водою, а потім обполіскують робочим розчином та наливають його у бюретку. В усіх випадках титрування проводять не менше трьох разів і зі збіжних результатів обчислюють середнє значення витраченого об'єму робочого розчину. За об'ємом і точною концентрацією робочого розчину розраховують кількість або масу речовини, яку визначають. Процес додавання робочого розчину (**титранту**) по краплинах до розчину визначуваної речовини називається **титруванням**. Момент закінчення реакції має назву **точка стехіометричності (т.с.)**. Титрують до того моменту, поки від однієї крапліни титранту з бюретки відбудеться зміна кольору аналізованого розчину, тобто буде досягнута **кінцева точка титрування**. При цьому дотримується рівність:

$$C_1 \cdot V_1 = C_2 \cdot V_2 ,$$

де C_1 та C_2 – молярні концентрації еквіваленту титранту та розчину визначуваної речовини, відповідно; V_1 та V_2 – об'єми титранту та розчину визначуваної речовини, відповідно.

Кінцеву точку титрування можна встановлювати:

- 1) візуально – з введенням в розчин відповідного індикатора або без індикатору;
- 2) інструментально – за допомогою приладів з відповідними детекторами.

Обрана **хімічна реакція повинна відповідати наступним вимогам:**

- можливість реєстрування аналітичного ефекту реакції;
- відсутність побічних реакцій;
- кількісна взаємодія між компонентами реакції;
- висока швидкість проходження реакції.

Залежно від типу хімічної реакції, яку використовують, методи титриметричного аналізу поділяються на відповідні групи, згідно назви титранту (табл.1).

Таблиця 1

Характеристики титриметричних методів аналізу

<i>Тип хімічної реакції та характеристичні величини</i>	<i>Назва методу</i>		<i>Стандарти</i>	
			<i>Первинні</i>	<i>Вторинні</i>
Реакція нейтралізації (рН)	Метод нейтралізації (кислотно-основне титрування)	Ацидиметрія	$\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$	HCl
		Алкаліметрія	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	NaOH
Реакція окислення – відновлення (Е)	Метод окислення-відновлення	Перманганатометрія	$\text{H}_2\text{C}_2\text{O}_4$	KMnO_4
		Йодометрія	$\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$	$\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3, \text{I}_2$
Реакція осадження (ДР)	Метод осаджувального титрування	Аргентометрія	NaCl	AgNO_3
		Меркурометрія	NaCl	$\text{Hg}_2(\text{NO}_3)_2$
Реакція комплексоутворення ($K_{\text{ст}}$)	Метод комплексоутворення	Трилонометрія	MgSO_4	Трилон Б

МЕТОД КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ТИТРУВАННЯ

Сутність методу полягає у застосуванні реакції нейтралізації, яка може бути представлена у вигляді: $\text{H}^+ + \text{OH}^- = \text{H}_2\text{O}$. Цим методом можна визначити кислоти (алкаліметрія), луги (ацидиметрія) та солі, що гідролізуються. В якості титрантів використовують сильні кислоти (ацидиметрія) та луги (алкаліметрія). Якщо реакція нейтралізації не супроводжується зміною забарвлення розчину, то для встановлення кінцевої точки титрування використовують індикатори. Кислотно-основними індикаторами служать органічні кислоти або основи, забарвлення яких змінюється при зміні рН розчину, тобто молекулярна форма органічної речовини має інше забарвлення, ніж її іонна форма:



де HInd – протонувана форма індикатору; Ind⁻ – депротонувана форма індикатору; K_{Ind} – константа іонізації індикатору; [H⁺], [Ind⁻], [HInd] – рівноважні концентрації іонів та молекул у розчині.

Кислотно-основні індикатори характеризуються:

- *інтервалом переходу індикатора* – це інтервал рН розчину, в межах якого відбувається помітна для людського ока зміна забарвлення індикатора (з похибкою ±10%). Він розраховується формулою: $\text{pH} = \text{p}K_{\text{Ind}} \pm 1$ (pK_{Ind} – показник константи іонізації індикатору);
- *показником титрування (pT)* – це те значення рН у межах інтервалу переходу індикатора, при якому спостерігається різка зміна забарвлення індикатора $\text{pT} \approx \text{p}K_{\text{Ind}}$. Величина pT індикатора визначає значення рН наприкінці титрування.

Розрахунковий спосіб вибору індикатору:

1. Запис рівняння хімічної реакції, що відображає процес кислотно-основного титрування;
2. Вибір речовини, яка визначає рН в точці стехіометричності (серед речовин, що утворюються в результаті реакції);
3. Вибір необхідної формули для розрахунку рН в точці стехіометричності та розрахунок $pH_{т.с.}$ з врахуванням речовин, що утворюються в результаті реакції;
4. Вибір індикатора, рТ якого близький до величини $pH_{т.с.}$ ($pT \approx pH_{т.с.}$) (табл. 2).

Таблиця 2

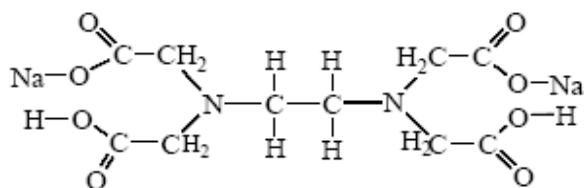
Загальна характеристика кислотно-основних індикаторів

Назва індикатору	Колір		рТ	Інтервал переходу (рН)
	У кислому середовищі	У лужному середовищі		
Метилловий оранжевий	червоний	жовтий	4	3 – 5
Метилловий червоний	червоний	жовтий	5	4 – 6
Лакмус	червоний	синій	7	6 – 8
Фенолфталеїн	безбарвний	малиновий	9	8 – 10

КОМПЛЕКСОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Зростаюча роль комплексних сполук в аналітичній хімії викликала швидкий розвиток хімії полідентатних органічних реагентів. Однак, широке застосування метод комплексометрії отримав з того часу, коли в практику аналітичної хімії ввійшли амінополікарбонові кислоти та їх солі, які одер-

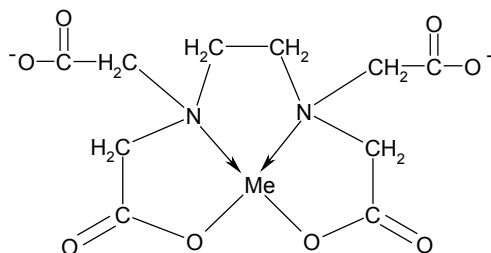
жали назву комплекси. Найцікавішими і перспективними сполуками цього типу є органічні сполуки, які утворюють із іонами більшості металів розчинні у воді комплекси, які використовуються у методі комплексонометричного титрування. Розділ титриметрії, у якому в якості титрантів використовуються комплекси, одержав назву *комплексонометрії* (хелатометрії). Найбільш часто при цьому використовують етилендіамінтетраоцтову кислоту (комплексон II, ЕДТО). У зв'язку з тим, що ЕДТО малорозчинна кислота у воді, то зазвичай використовують її двозаміщену натрієву сіль (комплексон III, ЕДТА або трилон Б):



Схематично молекулу трилону Б позначають як $\text{Na}_2\text{H}_2\text{Y}$.

Багато іонів металів здатні замінювати атоми водню карбоксильних груп ЕДТА за кислотно-основним механізмом, одночасно утворюючи координаційний зв'язок з азотом аміногрупи за донорно-акцепторним механізмом. Внаслідок цього утворюються досить стійкі сполуки, що містять декілька п'ятичленних циклів.

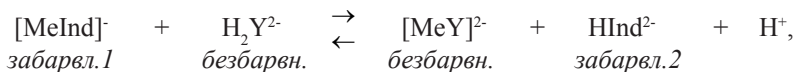
Будову комплексу з іонами металів можна схематично представити таким чином:



Важливо те, що з різними металами у відповідних умовах утворюються стійкі та безбарвні комплексні сполуки зі сталою стехіометрією, у яких відношення металу до ліганду дорівнює 1:1.

Індикатори методу комплексонометрії

Кінцеву точку титрування в методі комплексонометрії встановлюють за допомогою металохромних індикаторів, що утворюють з іонами металів розчинні забарвлені комплексні сполуки, причому менш стійкі, ніж комплексонати цих металів. Комплексні сполуки металів з індикаторами відрізняються від самих індикаторів за кольорами.



де $[\text{MeInd}]^-$ – комплексна сполука іону металу з індикатором; H_2Y^{2-} – умовна позначка трилону Б; $[\text{MeY}]^{2-}$ – комплексна сполука іону металу з трилоном Б; HInd^{2-} – індикатор.

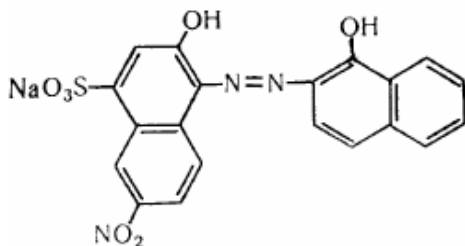
У групі металохромних індикаторів розрізняють універсальні індикатори, які взаємодіють із багатьма іонами металів (еріохром чорний Т, ксиленоловий оранжевий, мурексид тощо) і специфічні, які реагують із іонами тільки даного металу.

Металохромні індикатори у водних розчинах нестійкі, тому їх застосовують у вигляді суміші з інертним «наповнювачем», наприклад, із натрію хлоридом або калію хлоридом в співвідношенні 1:100 або 1:200. Суміш ретельно перетирають у ступці, та вносять у розчин перед титруванням приблизно 20÷30 мг.

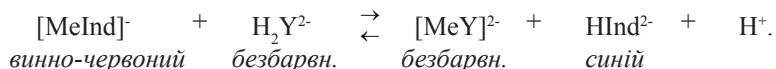
Еріохром чорний Т (ЕХЧ-Т), як і більшість металохромних індикаторів, виявляє кислотно-основні властивості, і залежно від рН середовища може існувати у трьох по-різному забарвлених формах: при рН < 7 реагент винно-червоний,

при рН = 7÷11 – синій, а при рН = 11,5 – помаранчево-жовтий. У слаболужному середовищі (рН = 7÷11) він взаємодіє з іонами магнію, кальцію, цинку, кадмію тощо, утворюючи забарвлені у винно-червоний колір комплексні сполуки.

Хімічна формула еріохрому чорного Т:



Механізм зміни забарвлення ЕХЧ-Т можна умовно зобразити наступним чином:



Така реакція можлива за умови, що константа стійкості комплексу $[\text{MeInd}]^-$ менша за константу стійкості комплексної сполуки $[\text{MeY}]^{2-}$. Аналогічно реакції відбуваються і з іншими металохромними індикаторами, наприклад мурексидом.

При додаванні ЕДТА іони металу утворюють з ним більш стійкі комплексні сполуки, ніж з індикатором і в точці стехіометричності розчин набуває синього кольору, який є властивим еріохрому чорному Т при рН = 7÷11.

Вплив рН середовища на комплексометричне титрування

При комплексометричному титруванні найбільш важливе значення має рН розчину, що титрується. При утворенні комплексу певного катіону металу з комплексоном у результаті вищенаведеної реакції виділяються іони водню і

pH розчину зменшується. Щоб підтримувати pH середовища на постійному і заданому рівні, необхідно проводити титрування в присутності аміачної буферної суміші (pH = 8÷9) або лугів. Для запобігання утворення осадів і з метою маскуванню окремих супутніх катіонів у розчин вводять комплексоутворюючі ліганди: тартрати, оксалати, фториди, тощо.

Лабораторна робота № 6 ВИЗНАЧЕННЯ АМОНІАКУ У ПОВІТРІ

Амоніак поглинають розчином сульфатної кислоти та визначають алкаліметричним титруванням з формаліном.

Реактиви:

1. Сульфатна кислота (H_2SO_4), 0,1 н (0,05 моль/л).
2. Натрію гідроксид (NaOH), 0,1 н (0,1 моль/л).
3. Формальдегід, 40%, нейтралізований.
4. Фенолфталеїн, 0,1% спиртовий розчин.

Хід визначення

Повітря пропускають з певною швидкістю ($0,5 \div 1,0$ $\text{дм}^3/\text{хв}$) на протязі однієї години через дві поглинаючі склянки, які містять по 10 мл 0,1 н розчину H_2SO_4 . Потім розчини з поглинаючих склянок переносять в мірну колбу на 25 мл, доводять об'єм дистильованою водою до мітки, перемішують. Відбирають 10 мл досліджуваного розчину і переносять в колбу для титрування.

В колбу для титрування, що містить досліджуваний розчин, додають 2,5 мл 40% розчину формальдегіду, 2-3 краплини індикатора фенолфталеїну. Суміш витримують 1–2 хвилини та титрують розчином NaOH до появи блідо-рожевого кольору розчину.

Кількість NH_4^+ (a , мг) розраховують за формулою:

$$a = \frac{C_{\text{NaOH}} \cdot V_{\text{NaOH}} \cdot M_{E(\text{NH}_4^+)} \cdot V_{\text{м.к.}}}{V_{\text{ал.}}},$$

де C_{NaOH} – нормальна концентрація лугу, н; V_{NaOH} – об'єм лугу, витраченого на титрування, мл; $M_{E(\text{NH}_4^+)}$ – молярна маса еквіваленту іону амонію, г/моль; $V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби, мл; $V_{\text{ал.}}$ – об'єм аліквоти, що беруть для титрування, мл.

Об'єм повітря, приведений до нормальних умов (V_0 , дм^3) розраховується за формулою:

$$V_0 = \frac{V_t \cdot 273 \cdot P}{(273 + t^\circ) \cdot P_0},$$

де $P \approx P_0 = 101,3$ кПа; t° – температура повітря, $^\circ\text{C}$; V_t – об'єм досліджуваного повітря (дм^3) розраховують за формулою $V_t = v \cdot \tau$, де v – швидкість відбору повітря, $\text{дм}^3/\text{хв}$; τ – час відбору повітря, хв.

Концентрацію амоніаку X ($\text{мг}/\text{м}^3$) розраховують за формулою:

$$X = \frac{a \cdot 0,944 \cdot 1000}{V_0},$$

де 0,944 – коефіцієнт перерахунку NH_4^+ на NH_3 .

Контрольні питання до лабораторної роботи № 6

1. Дайте визначення титриметричного аналізу.
2. Які вимоги існують для первинних стандартних розчинів?
3. Сутність кислотно-основного титрування.
4. Які теорії індикаторів ви знаєте? Наведіть основні положення кожної з них.
5. В чому полягає хід визначення амоніаку в повітрі?
6. Як розрахувати кількісний вміст катіону амонію?
7. Як розрахувати концентрацію амоніаку в повітрі?

Лабораторна робота № 7

ВИЗНАЧЕННЯ ДІОКСИДУ КАРБОНУ В ҐРУНТІ

Принцип методу. Визначення діоксиду карбону в ґрунті та донних відкладеннях у вигляді карбонатів проводять гравіметричним або титриметричним методом. Найбільш зручним для масового аналізу є титриметричний метод, який складається з обробки твердої проби надлишком розчину хлороводневої кислоти з титруванням її залишку розчином лугу.

При вмісті CO_2 карбонатів $\approx 15\%$ пробу обробляють 0,02 моль/л розчином HCl , при вмісті в межах $16\div 18\%$ – 0,1 моль/л HCl , а при $18\div 20\%$ – 0,2 моль/л HCl .

Реактиви:

1. Розчин хлороводневої кислоти (HCl), 0,1 н (0,1 моль/л).
2. Натрію гідроксид (NaOH), 0,1 н (0,1 моль/л).
3. Індикатор – метиловий червоний, 0,02% спиртовий розчин.

Хід визначення

5 г лабораторної проби повітряно-сухого ґрунту вносять в колбу на 1000 мл, доливають 500 мл хлороводневої кислоти та залишають на 24 години, періодично перемішуючи.

Перевіряють кислотність розчину універсальним індикаторним папером і, якщо розчин не кислий, доливають ще хлороводневої кислоти та знову витримують деякий час. Отриману витяжку з ґрунту фільтрують через щільний фільтр, відбирають аліквоту 25 мл розчину, додають 2-3 краплі метилового червоного і титрують розчином NaOH до зміни кольору індикатора (з жовтого на червоний).

Вміст діоксиду карбону у пробі ґрунту (ω_{CO_2} , %) розраховують за формулою:

$$\omega_{\text{CO}_2} = \frac{(V_1 \cdot C_1 - V_2 \cdot C_2) \cdot V_{\text{HCl}} \cdot M_{\text{E}(\text{CO}_2)} \cdot K \cdot 100}{V_1 \cdot d \cdot 1000},$$

де V_1 – об'єм аліквоти, яку беруть для титрування, мл; V_2 – об'єм розчину лугу, витраченого на титрування аліквоти, мл; V_{HCl} – об'єм розчину кислоти, яким розкладають пробу ґрунту, мл; C_1 – концентрація кислоти, моль/л; C_2 – концентрація лугу, моль/л; $M_{\text{E}(\text{CO}_2)}$ – молярна маса еквіваленту CO_2 , г/моль; K – коефіцієнт перерахунку на суху пробу ($K=1$ для сухої проби); d – маса наважки повітряно-сухої проби ґрунту.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 7

1. Приведіть види титриметричних методів аналізу та відповідні їм хімічні реакції.
2. У чому полягає суть гравіметричного методу аналізу?
3. Які сполуки можна визначати методом кислотно-основного титрування?
4. Що таке фіксанал? Як із нього приготувати стандартний розчин?
5. Кислотно-основні індикатори. Способи їх вибору.
6. В чому полягає хід визначення діоксиду карбону в ґрунті?
7. Як розрахувати вміст карбонатів в ґрунті?

Лабораторна робота № 8

ТИТРИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ ТРИЛОНУ Б В ПРОМИСЛОВИХ ВОДАХ

Гранично припустима концентрація трилону Б у воді водоймищ складає 4 мг/л, показник санітарно-токсикологічний шкідливості.

Принцип методу. В основі методу лежить титрування розчину трилону Б (ЕДТА) у кислому середовищі $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ в присутності пірокатехінового фіолетового або тіокарбаміду.

Реактиви:

1. Нітратна кислота, розбавлена 1:1.
2. Індикатор – пірокатехіновий фіолетовий, 0,1% водний розчин.
3. Бісмуту нітрат – 0,1; 0,01; 0,001 моль/л.
В 200 мл розбавленої HNO_3 (1:1) в мірній колбі на 1 л розчиняють 48,507г $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Розчин має концентрацію 0,1 моль/л.
4. ЕДТА – 0,100; 0,010; 0,001 моль/л.
Для приготування 0,1 моль/л ЕДТА розчиняють 37,2240 г дигідрату ЕДТА (або 33,6210 г безводного ЕДТА) в мірній колбі об'ємом 1000мл.

Хід визначення

До підготовленої та випареної до об'єму 100 мл аналізованої проби води доливають 0,5 мл HNO_3 (1:1), (рН розчину $2,5 \div 3,0$ за універсальним паперовим індикатором), додають $5 \div 6$ крапель пірокатехінового фіолетового. Титрують 0,01 моль/л розчином $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$ до зміни кольору. Якщо на титрування пішло менш ніж 1 мл, то визначення повторюють, використовуючи для титрування 0,001 моль/л розчин $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3$. Пірокатехіновий фіолетовий змінює колір розчину з жовтого на синій колір.

Концентрацію трилону Б ($C_{\text{ТрБ}}$, г/л) розраховують за формулою:

$$C_{\text{ТрБ}} = \frac{V_{\text{Bi(NO}_3)_3} \cdot C_{\text{Bi(NO}_3)_3} \cdot M_{\text{E(ТрБ)}}}{V_{\text{ал}}},$$

де $V_{\text{Bi(NO}_3)_3}$ – об'єм розчину $\text{Bi(NO}_3)_3$, використаного на титрування, мл; $C_{\text{Bi(NO}_3)_3}$ – нормальна концентрація $\text{Bi(NO}_3)_3$; $M_{\text{E(ТрБ)}}$ – молярна маса еквіваленту трилона Б, г/моль ($M_{\text{E(ТрБ)}} = 336,2$ г/моль); $V_{\text{ал}}$ – аліквотний об'єм досліджуваної проби, мл.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 8

1. Приведіть графічне зображення будови трилона Б та охарактеризуйте його комплекс з іонами кальцію.
2. Які індикатори використовують в методі комплексонометрії?
3. Як рН середовища впливає на комплексонометричне титрування?
4. Як готують стандартні розчини бісмуту нітрату?
5. Як готують стандартні розчини трилона Б?
6. В чому полягає хід визначення трилона Б у водах?
7. Як розрахувати концентрацію трилона Б у промислових водах?

Застосування атомно-абсорбційного методу аналізу при дослідженні об'єктів навколишнього середовища

Основи методу. Атомно-абсорбційна спектроскопія (ААС) оснований на поглинанні випромінювання оптичного діапазону не збудженими вільними атомами. У ААС необхідна попередня атомізація проби, при цьому аналітичний сигнал формують не збуджені атоми. Величина оптичної густини атомної пари (A) у відповідності до основного закону світлопоглинання прямопропорційна концентрації поглинаючих частинок (c_{am}) – атомів певного елемента у атомізаторі:

$$A = k_{am} l c_{am},$$

де k_{am} – коефіцієнт поглинання світла вільними атомами; l – довжина оптичного шляху.

При постійних умовах атомізації і заданому режимі роботи приладу концентрація атомів в атомізаторі c_{am} прямопропорційна концентрації визначуваного елемента у пробі (c). Таким чином можна записати:

$$A = k l c,$$

де k – коефіцієнт, який включає в себе як коефіцієнт поглинання k_{am} , так і коефіцієнт переходу від c_{am} до c ; він залежить від умов аналізу і його встановлюють дослідним шляхом (за допомогою градувального графіку).

Переведення проби в атомарний стан у ААС проводиться за допомогою атомізатора, робочий діапазон температур якого знаходиться в інтервалі температур від 800 до 3000°C. Основні типи джерел атомізації – це полум'я і електротермічні атомізатори. В ААС обов'язковою умовою є наявність джерела зовнішнього опромінення. Головна вимога до таких джерел – це високий ступінь монохроматичності опромінення. В якості джерел опромінення найбільш розповсюдженими є розрядні лампи – з порожнім катодом і безелектродні.

Лабораторна робота № 9 ПОЛУМ'ЯНИЙ ВАРІАНТ АТОМНО- АБСОРБЦІЙНОГО ВИЗНАЧЕННЯ ФЕРУМУ У ВОДІ

Перевагою полум'яного варіанту методу атомно-абсорбційного аналізу перед іншими є те, що при сумарному вмісті сторонніх компонентів в аналізованих розчинах (аналітах) до 1 мг/мл зазначені перешкоди для більшості елементів періодичної таблиці відсутні.

Прилади, реактиви та матеріали

1. Піпетки мірні місткістю 1, 2, 5 і 10 мл.
2. Колби мірні місткістю 100 мл.
3. Атомно-абсорбційний спектрофотометр «САТУРН».
4. Компресор діафрагменний для одержання стиснутого повітря.
5. Ацетилен балонний.
6. Вода бідистильована.
7. Стандартний зразок, який містить 100 мкг/мл феруму ДСЗРМ (Державний стандартний зразок розчину металу – 1 мг/мл феруму).
8. Лампа спектральна з порожнім катодом (ферум) типу ЛТ, ЛСП чи ЛК.

Хід роботи

Послідовним розведенням (у 2–10 разів) вихідного стандартного зразку (100 мкг/мл феруму) готують серію робочих (каліброваних) розчинів зі вмістом феруму (мкг/мл): 1,0 – 2,5 – 5,0 – 10,0 – 20,0. Калібровані і досліджувані розчини води розпорошують у полум'я щільного пальника ацетилен-повітря. Витрата ацетилену – 125 л/год., витрата повітря – 680 л/год. (установлюють за допомогою відповід-

них ротаметрів блоку атомізації). Висота зони полум'я над щілиною пальника – 2,0–2,5 мм. Реєстрацію поглинальної здібності атомів (А) зазначених розчинів проводять за допомогою аналітичній лінії феруму – 248,3 нм; ширина щілини монохроматора – 0,1 мм. Кожен розчин аналізують 3 рази, вносячи відповідні показники в таблицю. За отриманими даними будують градууювальний графік у координатах: поглинальна здібність атомів (А) (інтенсивність) – концентрації робочого (каліброваного) розчину феруму (мкг/мл), а також залежність величини відносного стандартного відхилення (S_r) від А.

Вміст феруму в розчинах досліджуваної води знаходять за градууювальним графіком (графічно) і розрахунковим способом за методом найменших квадратів. Отримані результати представляють у вигляді: ($C_{Fe} \pm \Delta c$) мг/л феруму і роблять відповідний висновок про придатність представлених зразків води до використання враховуючи те, що гранично припустима концентрація феруму у воді для господарсько-побутового призначення складає 0,3 мг/л.

Контрольні питання до лабораторної роботи № 9

1. В чому полягає сутність атомно-абсорбційного методу аналізу?
2. Які способи атомізації використовуються в атомно-абсорбційному аналізі?
3. Які горючі суміші використовуються для одержання полум'я в атомно-абсорбційному аналізі?
4. Яким рівнянням описується поглинання при випромінюванні атомною плазмою?
5. В чому переваги не полум'яних атомізаторів?
6. Які джерела випромінювання використовуються в атомно-абсорбційному аналізі?
7. В чому полягає хід визначення феруму в водах за допомогою ААС?
8. Як розрахувати вміст феруму у досліджуваній воді?

Перелік питань до колоквіумів (усне опитування)

Колоквіум № 1

Поняття про ксенобіотики, екотоксиканти, полютанти. Основні види забруднювачів навколишнього середовища. Моніторинг. Головні задачі моніторингу. Категорії антропогенного впливу на біосферу. Джерела забруднювачів об'єктів навколишнього середовища. Типи та форми міграції полютантів. Токсичність. Гранично допустима концентрація забруднювачів. Класифікація і особливості хімічного складу поверхневих вод суші, підземних, морських та океанських вод. Хімічний склад повітря. Хімічний склад ґрунтів та донних відкладень.

Колоквіум № 2

Особливості відбору, консервації, транспортування та зберігання проб води. Способи відбору проб повітря. Відбір проб ґрунтів та донних відкладень. Відбір біопроб. Рідкі поглиначі, тверді адсорбенти та фільтруючі матеріали. Основні хімічні та фізико-хімічні методи визначення інгредієнтів в об'єктах навколишнього середовища.

Колоквіум № 3

Методи розкладання ґрунтів, матеріалів рослинного та тваринного походження: «мокра» та «суха» мінералізація, мікрохвильове, автоклавне та фоторозкладання. Маскування – усунення речовин, що заважають аналізу. Методи концентрування високотоксичних речовин та їх відокремлення від макрокомпонентів при виконанні еколого-аналітичних робіт (випаровування, виморожування, екстракція, сорбція, співосадження, хроматографія).

Перелік питань для підсумкового опитування

1. Поняття про ксенобіотики, екотоксиканти, поллютанти.
2. Основні види забруднювачів навколишнього середовища.
3. Моніторинг. Схеми і головні задачі моніторингу.
4. Основні характеристики глобальних і регіональних (локальних) категорій антропогенного впливу на біосферу.
5. Джерела забруднювачів. Типи та форми міграції поллютантів.
6. Геохімічні аномалії. Токсичність. Гранично-допустимі концентрації забруднювачів.
7. Класифікація і особливості хімічного складу поверхневих вод суші, підземних, морських та океанських вод.
8. Хімічний склад повітря, атмосферних опадів, ґрунтів та донних відкладень.
9. Основні методи визначення хімічних інгредієнтів в об'єктах навколишнього середовища.
10. Особливості відбору, консервації, транспортування та зберігання проб води.
11. Способи відбору проб повітря. Рідкі поглиначі, тверді адсорбенти та фільтруючі матеріали.
12. Відбір проб ґрунтів та донних відкладень. Відбір біопроб.
13. Методи розкладання ґрунтів, матеріалів рослинного та тваринного походження: мокра та суха мінералізація, мікрохвильове, автоклавне та фоторозкладання.
14. Методи концентрування високотоксичних речовин та їх відокремлення від макрокомпонентів при виконанні еколого-аналітичних робіт (випаровування виморожування, екстракція, сорбція, співосадження, хроматографія).
15. Маскування – усунення речовин, що заважають аналізу.

Рекомендована література

Базова

1. Набиванець Б.Й., Сухан В.В., Калабіна Л.В. Аналітична хімія природного середовища. – К.: Либідь, 1996. – 304 с.
2. Майстренко В.Н., Хамитов Р.З., Будников Г.К. Эколого-аналитический мониторинг супертоксикантов. – М.: Химия, 1996. – 319 с.
3. Новикова Ю.Ю., Ласточкина Л.О., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов. – М.: Медицина, 1990. – 400 с.
4. Тинсли И. Поведение химических загрязнителей в окружающей среде. – М.: Мир, 1982. – 280 с.
5. Алекин О.А. Основы гидрохимии. – Л.: Гидрометиздат, 1970. – 444 с.
6. Аринушкина Е.В. Руководство по химическому анализу почв. – М.: Изд. МГУ, 1970. – 488 с.
7. Дмитриев М.Т., Казанина Н.И., Пинигина И.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде // Справочник. – М.: Химия, 1989. – 368 с.
8. Перегуд Е.Л., Гернет Е.В. Химический анализ воздуха промышленных предприятий. – Л.: Химия, 1973. – 440 с.
9. Гождзінський С.М., Зайцев В.М., Калібабчук В.О., Рудковська Л.М. Основи аналітичної хімії. – Київ, 2002. – 141 с.
10. Пилипенко А.Т., Пятницкий И.В. Аналитическая химия. В 2-х книгах. – М.: Химия, 1990. – 845 с.
11. Аналитическая химия (химические методы анализа). Под ред. О.М. Петрухина. – М.: Химия, 1993. – 400 с.
12. Золотов Ю.А. Основы аналитической химии. В 2 кн. – М.: Высшая школа. 1999.
13. Луцевич Д.Д., Мороз А.С., Грибальська О.В., Огурцов В.В. Аналітична хімія. – Київ: Здоров'я, 2003. – 296 с.

14. Базель Я.Р., Кормош Ж.О., Тирчо Ю.Б. Практикум з аналітичної хімії для студентів хімічного факультету (хімічні методи аналізу). – Ужгород: УжДУ, 1999. – 72 с.
15. Чеботарьов О.М., Малахова Н.М., Щербакова Т.М. Пробовідбір та пробопідготовка при аналізі об'єктів навколишнього середовища. Методичні вказівки до лабораторного практикуму для студентів хімічного факультету. – Одеса, ОНУ імені І. І. Мечникова, 2005. – 60 с.
16. Чеботарьов О.М., Захарія О.М., Щербакова Т.М., Шестакова М.В. Методи дослідження природних та промислових вод. Методичні вказівки до лабораторного практикуму для студентів хімічного факультету. – Одеса, ОНУ імені І. І. Мечникова, 2002. – 90 с.
17. Хімічні та фізико-хімічні методи аналізу в екологічних дослідженнях / Ломницька Я.Ф., Чабан Н.Ф. – Львів: Видавничий центр ЛНУ ім. Івана Франка, 2009. – 304 с.
18. Полетаєва Л.М., Сафранов Т.А. Моніторинг навколишнього природного середовища. – К.: КНТ, 2007. – 172 с.

Допоміжна література

1. Беспаятов Г.П., Кротов Ю.А. Предельно-допустимые концентрации химических веществ в окружающей среде. – Л.: Химия, 1985. – 528 с.
2. Линник П.Н., Набиванец Б.И. Формы миграции металлов в пресных поверхностных водах. – Л.: Гидрометеоздат, 1986. – 370 с.
3. Геохимия окружающей среды / Ю. Е. Саг, Б. А. Ревич, Е. П. Янин и др. – М.: Недра, 1990. – 335с.
4. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод. – М.: Химия, 1974. – 336 с.
5. Крайнев С.Р., Швец В.М. Гидрогеохимия: Учебник для вузов. – М.: Недра, 1992. – 463 с.

6. Гурецкий И.Я., Кузнецов В.В., Кузнецова Л.Б., Кучкарев Е.А. и др. Практикум по физико-химическим методам анализа / Под ред. О.М.Петрухина. – М.: Химия, 1987. – 248 с.
7. Алесковский В.Б., Бардин В.В., Бойчинова М.И. и др. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство: Учебн. пособие для вузов / Под ред. В.Б.Алесковского. – Л.: Химия, 1988. – 376 с.
8. Набиванец Б.И., Мазуренко Е.А. Хроматографический анализ: Пособие для вузов. – Киев: Вища школа, 1979. – 264 с.
9. Кузяков Ю.Я., Семенов К.А., Зоров Н.Б. Методы спектрального анализа: Уч. пособие. – М.: Изд-во МГУ, 1990. – 213 с.
10. Анализ объектов окружающей среды: Инструментальные методы: пер. с англ. / Под ред. Р. Сониасси. – М.: Мир, 1993. – 80 с.
11. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. – Л.:Химия, 1984. – 168 с.

Інформаційні ресурси

1. Основні підручники, практикуми та довідники по хімії // <http://chemistry-chemists.com/Uchebniki.html>
2. Електронна бібліотека навчальних матеріалів по хімії // <http://www.chem.msu.su/rus/elibrary/welcome.html>
3. Сайт по експериментальній хімії // <http://chemexperiment.narod.ru>
4. Світ хімії // <http://chem.km.ru/> ; <http://www.chemistry.narod.ru>
5. Електронний підручник з хімії // <http://www.hemi.nsu.ru/>
6. Хімія і не тільки, добірка сайтів // <http://chemister.pp.ru/Links/links.htm>
7. Література з аналітичної хімії // <http://anchem.ru/literature/>; http://naukaspb.ru/DEMO_an_chim1/GL1.htm; <http://analyt.chem.msu.ru/>; <http://www.edu.ru/>

Навчальне видання

***Чеботарьов Олександр Миколайович
Щербакова Тетяна Михайлівна
Гузенко Олена Михайлівна
Рахлицька Олена Михайлівна***

Аналітична хімія навколишнього середовища

Методичні вказівки
до лабораторних робіт для студентів
III курсу (денного відділення)
та V курсу (заочного відділення)
хімічного факультету
напрямку підготовки 6.040101 – Хімія
освітньо-кваліфікаційного рівня бакалавр

Підп. до друку 24.05.2013. Формат 60x84/16.
Гарн. Таймс. Умов.-друк. арк. 3,37. Тираж 50 прим.
Зам. № 653

Видавець і виготовлювач
**Одеський національний університет
імені І. І. Мечникова**
Свідоцтво ДК № 4215 від 22.11.2011 р.

Україна, 65082, м. Одеса, вул. Єлісаветинська, 12
Тел.: (048) 723 28 39. E-mail: druk@onu.edu.ua