



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Кафедра биологии растений и химии

ХИМИЯ

**Лабораторный практикум
Лабораторная работа
Определение нитратов
Определение нитратов в воде
ионометрическим методом**



Лабораторная работа Определение нитратов в воде

Содержание нитратов в водоемах колеблется в довольно широких пределах, в осенний и зимний периоды оно возрастает, тогда как летом в результате потребления растениями – обычно не превышает сотых долей миллиграмма на 1 дм^3 . Среди существующих методов определения нитратов при концентрациях $0,5\text{--}50,0 \text{ мг/дм}^3$ наиболее удобным является колориметрический с фенолдисульфоновой кислотой. В полевых условиях можно пользоваться ориентировочным методом.

Выполнение анализа. В фарфоровую чашечку отмеряют $0,5 \text{ см}^3$ исследуемой воды, прибавляют на кончике лопаточки бруцин и осторожным вращением лопатки равномерно размешивают его в воде. Затем прибавляют 1 см^3 концентрированной H_2SO_4 и снова перемешивают. Через 5 мин определяют по окраске раствора примерно содержание NO_3^- , пользуясь следующими данными шкалы.

Определение нитратов с фенолдисульфоновой кислотой. В основе этого метода лежит взаимодействие нитратов с серной кислотой. Вытесненная серной кислотой из соответствующей соли азотная кислота нитрует фенол в тринитрофенол (пикриновую кислоту), который с аммиаком образует пикрат аммония, окрашивающий жидкость в желтый цвет. Интенсивность окраски зависит от концентрации нитратов.

В зависимости от ожидаемого содержания нитратов в воде берут $10\text{--}100 \text{ см}^3$ исследуемой воды, помещают ее в фарфоровую чашку и ставят на водяную баню. Выпарив воду, снимают чашку с сухим остатком и остужают. Параллельно ставят на водяную баню $\sim 20 \text{ см}^3$ стандартного раствора (в зависимости от количества нитратов в исследуемой воде) и также упаривают досуха.

Сухой остаток обрабатывают 1 см^3 сульфореактива. Стеклопалочкой растирают сульфифеноловый реактив с сухим остатком, прибавляют во все чашки по 10 см^3 дистиллированной воды, во избежание разбрызгивания содержимое чашек при последующей нейтрализации кислоты щелочью перемешивают и приливают 10 см^3 15%-ного раствора аммиака. В присутствии нитратов появляется желтая окраска. Окрашенные в желтый цвет растворы переносят в мерные колбы емкостью $50\text{--}100 \text{ см}^3$. Фарфоровую чашку и стеклянную палочку смывают несколько раз небольшими порциями дистиллированной воды и смывные воды прибавляют к основному раствору в мерной колбе. Доводят содержимое колб до метки и перемешивают. Окраску исследуемого раствора и стандарта сравнивают сразу же в колориметре или в цилиндрах Генера, так как при длительном стоянии цвет жидкости может изменяться.

Вычисление результатов. Результаты определения находят непосредственно по шкале, на каждой пробирке нанесено содержание NO_3^- .



	Цвет раствора	Содержание мг/дм ³
Окраски нет	0,0-0,5	
Слабо-розовый	1-2	
Розово-оранжевый	2-10	
Оранжевый	10-20	
Желтый	Более 20	

Определение нитратов в воде ионометрическим методом

Цель работы: определить содержание нитратов в пробе воды.

Многие минеральные удобрения, особенно азотные, содержат нитраты, которые при избыточном или нерациональном внесении в почву приводят к загрязнению водоемов. Источниками загрязнения нитратами являются также поверхностные стоки с пастбищ, скотных дворов, молочных ферм и т.п.

Повышенное содержание нитратов в воде может служить индикатором загрязнения водоема в результате распространения фекальных либо химических загрязнений (сельскохозяйственных, промышленных). Богатые нитратными водами сточные каналы ухудшают качество воды в водоеме, стимулируя массовое развитие водной растительности (в первую очередь - сине-зеленых водорослей) и ускоряя *эвтрофикацию* водоемов. Питьевая вода и продукты питания, содержащие повышенное количество нитратов, также могут вызывать заболевания и в первую очередь у младенцев (так называемая метгемоглобинемия из-за связывания гемоглобина крови). Вследствие этого нарушения ухудшается транспортировка кислорода с клетками крови и возникает синдром «голубого младенца» (гипоксия). Вместе с тем, растения не так чувствительны к увеличению содержания в воде азота, как фосфора.

Присутствие нитратных ионов в природных водах связано со следующими причинами:

1) внутриводоемные процессы нитрификации аммонийных ионов в присутствии кислорода под действием нитрифицирующих бактерий;

2) атмосферные осадки, которые поглощают образующиеся при атмосферных электрических разрядах оксиды азота (концентрация нитратов в атмосферных осадках достигает 0,9–1,0 мг/дм³);

3) промышленные и хозяйственно-бытовые сточные воды, особенно после биологической очистки, когда концентрация достигает 50 мг/дм³;

4) стоки с сельскохозяйственных угодий и сбросные воды с орошаемых полей, на которых применяются азотные удобрения.

Главными процессами, ведущими к понижению концентрации нитратов в водоемах, являются потребление их фитопланктоном и денитрифицирующими бактери-



ями, которые при недостатке кислорода используют кислород нитратов на окисление органических веществ – хемосинтез.

В поверхностных водах нитраты находятся в растворенной форме. Концентрация нитратов в поверхностных водах подвержена заметным сезонным колебаниям: минимальная в вегетационный период, она увеличивается осенью и достигает максимума зимой, когда при минимальном потреблении азота происходит разложение органических веществ и переход азота из органических форм в минеральные. Амплитуда сезонных колебаний может служить одним из показателей эвтрофирования водного объекта. Смертельная доза нитратов для человека составляет 8 – 15 г; допустимое суточное потребление по рекомендациям ФАО/ВОЗ – 5 мг/кг массы тела.

ПДК_в нитратов составляет 45 мг/дм³ (по NO₃⁻) (тождественно равен стандарту США для питьевой воды), ПДК_{вр} – 40 мг/дм³ (по NO₃⁻) или 9,1 мг/дм³ (по азоту).

Методика предназначена для анализа проб пресных природных и очищенных сточных вод, проб растопленного снега и льда непосредственно на месте отбора проб или в лабораториях.

Диапазон определяемых концентраций 0,5–100 г/дм³. Погрешность анализа представлена в таблице далее.

Таблица. Погрешности результатов анализа концентрации нитрат-ионов

Абсолютная погрешность результата анализа, мг/дм ³	Допускаемое расхождение двух параллельных определений, мг/дм ³
$\Delta=0,042+0,13 \cdot C$	$d2=0,044+0,14 \cdot C$
Примечание: С – среднее арифметическое значение концентрации.	

Методика основана на измерении равновесного потенциала ионоселективного электрода, погруженного в раствор определяемого иона.

Концентрацию определяемого иона находят по градуировочному графику.

При выполнении анализов необходимо соблюдать правила техники безопасности при работе в химической лаборатории.

Пробootбор

Пробы воды объемом не менее 150 см³ отбирают в стеклянные или полиэтиленовые бутылки, предварительно ополоснув их анализируемой водой. Анализ выполняют в день отбора проб воды или не позднее, чем через двое суток, при условии хранения проб при 3 – 4°С.

Пробы снега и льда объемом, достаточным для получения не менее 150 см³ талой воды, отбирают в широкогорлые толстостенные склянки, контейнеры из полимерного материала или тройные полиэтиленовые пакеты.

Приспособления для отбора и хранения проб снега или льда перед отбором проб выдерживают в течение суток в 1М растворе серной кислоты, промывают до нейтральной реакции дистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой.



гой. Для одного анализа отбирают по три параллельных пробы воды, снега, льда (одна резервная).

Оборудование, материалы и реактивы

- иономер;
- нитратселективный электрод;
- хлоридсеребряный электрод сравнения;
- бумага индикаторная универсальная для измерения pH;
- весы лабораторные аналитические, с погрешностью взвешивания не более $\pm 0,0002$ г;
- весы лабораторные технические, с погрешностью взвешивания не более $\pm 0,01$ г;
- пипетки мерные лабораторные на 5; 10 см³;
- посуда мерная лабораторная стеклянная вместимостью: колбы наливные – 100, 500 см³; цилиндры – 50, 100, 1000 см³;
- стаканы стеклянные лабораторные вместимостью 50 см³;
- бутылки стеклянные или полиэтиленовые с пробками вместимостью 150... 1000 см³, для отбора проб воды и хранения растворов;
- калий азотнокислый – градуировочный раствор;
- калий сернокислый;
- калий хлористый-фоновый раствор для регулирования ионной силы;
- натрия гидроокись;
- вода дистиллированная;
- бумага фильтровальная.

Все реактивы должны быть квалификации осч, х.ч. или ч.д.а.

Выполнение работы

1. В мерный цилиндр вместимостью 50 см³ вносят 40 см³ пробы и 10 см³ фоновго раствора А, перемешивают, переливают в стакан вместимостью 50 см³, контролируют температуру раствора и измеряют значение равновесного потенциала.

2. При наличии мешающего влияния нитрит-ионов к 40 см³ пробы приливают 1 см³ раствора сульфаниловой кислоты фоновго раствора А.

3. При мешающем влиянии хлорид- и бикарбонат-ионов вместо фоновго раствора А используют фоновый раствор Б.

4. После каждого измерения электроды и термометр промывают дистиллированной водой и осушают фильтровальной бумагой.

Для каждой пробы проводят два параллельных определения.

5. Для каждого результата измерения находят 1gC по градуировочному графику и рассчитывают концентрацию нитрат-иона. В случае построения графика в координатах С–Е концентрацию находят непосредственно по графику.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



Таким образом, по двум параллельным определениям получают два значения концентрации (C' и C'') и рассчитывают среднее арифметическое (C): $C = (C' + C'')/2$.

Определяют допускаемое расхождение между параллельными определениями (d_2), подставляя C в соответствующее выражение. Если расхождение между параллельными определениями не превышает допускаемого $|C' - C''| \leq d_2$, то среднее арифметическое значение (C) принимают за результат анализа. По среднему арифметическому значению концентрации рассчитывают абсолютную погрешность. Окончательный результат анализа представляют в виде $C \pm \Delta$ ($P = 0,95$) в мг/дм³. Значение погрешности должно содержать одну значащую цифру. Значения концентрации и погрешности должны содержать одинаковое число знаков после запятой.

Таблица. Форма для записи результатов анализа содержания нитратов в пробе воды

Проба	Показатель	Результат определения	Расхождение между параллельными определениями		Результат анализа
			фактическое	допустимое	
		1.			
		2.			
		Среднее			

6. Сделать выводы по содержанию нитратов в воде.



Учреждение образования
«Белорусская государственная
орденов Октябрьской Революции
и Трудового Красного Знамени
сельскохозяйственная академия»



ЛИТЕРАТУРА

Основная:

1. Алекин, О. А. Основы гидрохимии: учеб. пособие / О. А. Алекин. – Л.: Гидрометеиздат, 1970. – 296 с.
2. Никаноров А.М. Гидрохимия: Учебник. А. М. Никаноров. – СПб: Гидрометеиздат, 2001. – 444 с.
3. Общая химия. Биофизическая химия. Химия биогенных элементов: уч. для вузов/ Ю.А. Ершов и др. 6-е изд., стер. М.: Высш. шк., 2007. – 560 с.
4. Привезенцев Ю. А. Практикум по прудовому рыбоводству.- М.: Высшая школа, 1982. – 258 с.

Дополнительная:

5. Баранов И. В. Основы биопродукционной гидрохимии. - М.: Легкая и пищевая промышленность, 1982. - 277 с.
6. Власов Б.П. Антропогенная трансформация озер Беларуси. Минск, 2004. . – 78 с.
7. Зенин А. А., Белоусова И. В. Гидрохимический словарь/ Под ред. А.М. Никанорова. – Л.: Гидрометеиздат, 1988. – 240 с.
8. Логинов В.Ф., Волчек А.А. Водный баланс речных водосборов Беларуси. Минск: Тонпик, 2006. . – 146 с.
9. Логинов В.Ф. Управление гидрометеорологическими данными. Минск: БГУ, 2002. . – 38 с.
10. Прожорина Т.И. Практикум по курсу "Гидрохимия". Ч.1: Учебно-методическое пособие. - Воронеж: ИПЦ ВГУ, 2007. - 27 с.
11. Прожорина Т.И. Экологическая гидрохимия: Методические указания к лабораторному практикуму. Часть 2. - Воронеж: Изд-во ВГУ, 2007. - 20 с.
12. Слесарев В. И. Химия: основы химии живого: учебник для вузов / В. И. Слесарев. – СПб: Химиздат, 2001. – 784 с.
13. Федоров А.А. и др. Методы химического анализа объектов природной среды/ А.А. Федоров, Г.З. Казиев, Г.Д.Казаков. – М.: КолосС, 2008. – 118 с.
14. www.waterandecology.ru

Справочники:

15. Лидин Р.А., Молочко В.А., Андреева Л.Л. Химические свойства неорганических веществ/ Под ред. Р, Лидина. – М.: КолосС, 2008. – 480 с.
16. Лурье Ю. Ю. Справочник по аналитической химии/ Ю. Ю. Лурье. – М.:Химия, 1971. – 454 с.
17. Справочник по гидрохимии / Под ред. А.М. Никанорова. – Л.: Гидрометеиздат, 1989. – 392 с.

Составители

Поддубная Ольга Владимировна
Ковалева Ирина Владимировна