



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



**Кафедра биологии растений и химии**

# **ХИМИЯ**

**Лабораторный практикум  
Лабораторная работа  
Определение содержания фосфатов  
фотометрическим методом**



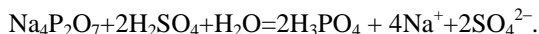
## Лабораторная работа Определение содержания фосфатов фотометрическим методом

В природных и сточных водах фосфор может присутствовать в разных видах. В растворенном состоянии (иногда говорят – в жидкой фазе анализируемой воды) он может находиться в виде ортофосфорной кислоты ( $\text{H}_3\text{PO}_4$ ) и ее анионов ( $\text{H}_2\text{PO}_4^-$ ,  $\text{HPO}_4^{2-}$ ,  $\text{PO}_4^{3-}$ ), в виде мета-, пиро- и полифосфатов (эти вещества используют для предупреждения образования накипи, они входят также в состав моющих средств). Кроме того, существуют разнообразные фосфорорганические соединения – нуклеиновые кислоты, нуклеопротеиды, фосфолипиды и другие, которые также могут присутствовать в воде, являясь продуктами жизнедеятельности или разложения организмов. К фосфорорганическим соединениям относятся также некоторые пестициды.

Фосфор может содержаться и в нерастворенном состоянии (в твердой фазе воды), присутствуя в виде взвешенных в воде труднорастворимых фосфатов, включая природные минералы, белковые, органические фосфорсодержащие соединения, остатки умерших организмов и др. Фосфор в твердой фазе в природных водоемах обычно находится в донных отложениях, однако может встречаться и в больших количествах в сточных и загрязненных природных водах. Фосфор является необходимым элементом для жизни, однако его избыток приводит к ускоренной эвтрофикации водоемов. Большие количества фосфора могут попадать в водоемы в результате естественных и антропогенных процессов – поверхностной эрозии почв, неправильного или избыточного применения минеральных удобрений и др.

Метод определения содержания фосфатов основан на реакции взаимодействия фосфат-ионов в продукте частичного восстановления шестивалентного молибдена, в результате которой образуется окрашенное в интенсивно-синий цвет комплексное соединение. Интенсивность окраски, пропорциональную концентрации фосфат-ионов в растворе, определяют фотометрически.

В данную реакцию из всех присутствующих в воде фосфатов непосредственно вступают только ортофосфаты. Для определения полифосфатов их необходимо предварительно перевести в ортофосфаты путем кислотного гидролиза в присутствии серной кислоты. Многие сложные эфиры фосфорной кислоты также могут быть определены после их кислотного гидролиза в тех же условиях, что и полифосфаты. Реакция кислотного гидролиза на примере пирофосфата протекает следующим образом:



Некоторые фосфорсодержащие органические соединения могут быть определены только после их минерализации, называемой иногда также «мокрым сжиганием». Минерализация фосфорсодержащих органических соединений проводится при кипячении пробы с добавлением кислоты и сильного окислителя персульфата или



перекиси водорода. Минерализация приводит к превращению в ортофосфаты все, даже труднорастворимые, формы фосфатов в воде. Таким образом, определяется содержание *общего фосфора* в любой воде (этот показатель можно определять как для растворенных фосфатов, так и для нерастворимых соединений фосфора). Однако для природных вод, не содержащих или содержащих незначительное количество трудногидролизующихся фосфатов в твердой фазе, минерализации обычно не требуется, и полученный при анализе гидролизованной пробы результат может с хорошим приближением быть принят за содержание общего фосфора.

**Оборудование и реактивы.** Мерные колбы на 50, 100 и 1000 см<sup>3</sup>; пипетки на 0,5; 1; 2; 10; 25; 50 см<sup>3</sup>; конические колбы; воронки химические; аналитические весы; фотоэлектроколориметр, пипетки, вместимостью 1; 2; 5; 10; 15; 25; 50 см<sup>3</sup>, вода дистиллированная, фильтры бумажные "синяя лента", диаметр 15 см.

Раствор I: 4–5 г калия фосфорнокислого однозамещенного высушивают сушильном шкафу при температуре 108 ± 4 °С в течение 2 часов. 1,9174 г калия фосфорнокислого однозамещенного взвешивают с погрешностью не более 0,0002 г, растворяют в мерной колбе вместимостью 1 дм<sup>3</sup>, прибавляют 10 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты, доводят объем раствора водой до метки и тщательно перемешивают. В 1 см<sup>3</sup> раствора содержится 1 мг фосфат-иона.

Раствор II: 150 см<sup>3</sup> раствора I отбирают пипеткой в мерную колбу вместимостью 500 см<sup>3</sup> и доливают водой до метки. В 1 см<sup>3</sup> раствора II содержится 0,1 мг фосфат-иона. Раствор устойчив не более недели. Раствор молибдата аммония: 25 г аммония молибденовокислого растворяют в 500 см<sup>3</sup> дистиллированной воды, добавляют небольшими порциями к этому раствору 168,5 см<sup>3</sup> концентрированной серной кислоты. Раствор охлаждают, и объем доводят дистиллированной водой до 1 дм<sup>3</sup>. Раствор олова хлористого: 2 г олова хлористого растворяют в 100 см<sup>3</sup> глицерина, раствор используют на следующий день. Для предохранения раствора от окисления рекомендуется поместить в него кусочек металлического олова. В день анализа готовят рабочий раствор олова хлористого, разбавляя 1 см<sup>3</sup> концентрированного раствора до объема 10 см<sup>3</sup> дистиллированной водой.

**Выполнение анализа.** Прежде чем взять пробу, пробоотборник следует ополоснуть несколько раз водой, подлежащей отбору. Время с момента взятия пробы до начала анализа не должно превышать двух часов.

Для определения фосфат-ионов отбирают 100 см<sup>3</sup> профильтрованной пробы, при наличии мешающих веществ – соответствующим образом приготовленной (или меньший ее объем, разбавленный до 100 см<sup>3</sup> дистиллированной водой), содержащей в этом объеме 0,02 – 0,08 мг фосфат-ионов, добавляют 2 см<sup>3</sup> раствора аммония молибденовокислого, перемешивают, добавляют 3 капли рабочего раствора олова хлористого, еще раз перемешивают и через 10 мин измеряют оптическую плотность



раствора на фотоэлектроколориметре при длине волны 670 нм. Результаты определения находят по градуировочной кривой.

Построение градуировочного графика. В пять мерных колб вместимостью 100 см<sup>3</sup> с помощью микробюретки вместимостью 5 см<sup>3</sup> вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 см<sup>3</sup> рабочего раствора П, что соответствует 0,1; 0,2; 0,3; 0,4. 0,5 мг Р<sub>2</sub>О<sub>5</sub>. Доводят объем дистиллированной водой до метки и переливают растворы в конические колбы вместимостью 250 см<sup>3</sup>. В каждую колбу добавляют по 2 см<sup>3</sup> раствора аммония молибденовокислого и по 3 капли рабочего раствора олова хлористого, перемешивают и через 4,0 мин измеряют оптическую плотность раствора при длине волны 670 нм в кювете с толщиной исследуемого слоя 30 мм. Раствором сравнения служит дистиллированная вода со всеми реактивами. Градуировочный график строят по средним значениям из трех параллельных определений.

*Вычисление.* Массовую долю фосфат-ионов (X) в мг/дм<sup>3</sup> в воде вычисляют по формуле

$$X = \frac{m \times 1000}{V},$$

где *m* – масса фосфат-ионов в анализируемой пробе, определенная по градуировочному графику, мг; *V* – объем воды, взятой для анализа, см<sup>3</sup>.

За результат анализа принимают среднее арифметическое значение двух параллельных определений.

При анализе сточных вод выполняются операции, позволяющие устранить мешающее влияние силикатов, соединений железа (III), сульфидов и сероводорода, а также танина.

Контроль точности при анализе на содержание фосфатов и общего фосфора может быть выполнен путем тестирования специально приготовленного раствора ортофосфата при концентрациях, равных значениям, приведенным для образцов на контрольной шкале. Для этой цели рекомендуется использовать калий фосфорнокислый однозамещенный КН<sub>2</sub>РО<sub>4</sub>, обработанный по ГОСТ 4212.



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](http://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