21.04.23.

05 гр.

Мікробіологічний та хіміко-бактеріологічний аналіз.

Тема: Визначення нітритів і нітратів у воді

Підвищена кількість нітритів у воді вказує на її недавнє забруднення органічними речовинами. Визначаються за методом Гріса. Який дає яскраві забарвлення при утворенні діазосполук.

Хід визначення: У польових умовах у пробірку налити 10 ml досліджуваної води і додати 5…6 крапель реактиву Гріса. Суміш вимішати і через 20 хв порівняти кольори вмісту пробірки при розгляді її збоку і зверху через всю товщу стовпа суміші. Приблизний вміст нітритів визначають за допомогою таблиці 4

4. Шкала вмісту азоту нітритів

Забарвлення збоку	Забарвлення зверху	Вміст азоту нітритів mg/l
Відсутнє	Відсутнє	<0,001
Ледь помітне рожеве	Незначно – слабо - рожеве	0,002
Дуже слабо – рожеве	Слабо – рожеве	0,004
Слабо – рожеве	Світло – рожеве	0,02
Світло – рожеве	Рожеве	0,04
Рожеве	Сильно – рожеве	0,07
Сильно – рожеве	Червоне	0,2
Червоне	Яскраво – червоне	0,4

У лабораторних умовах вміст у воді азоту нітритів визначають на фото електроколориметрі. Для цього готують стандартний розчин $NaNO_2$ 1 ml якого містить 1 mg азоту нітритів. З нього готують робочий. Для чого 1 ml його доводять дистильованою водою до 1 л. В 1 ml такого робочого розчину міститься 0,001 mg азоту нітритів.

Дальше поступають так як і при визначенні аміаку: в 10 однакових за діаметром пробірок наливають 0,1; 0,2; 0,3; 0,4; 0,5; і т. д. мілілітрів стандартного розчину який містить 0,0001 mg азоту, доливають пробірки до 10 ml дистильованою водою. А в одинадцяту наливають 10 ml досліджуваної води, потім в усі пробірки прибавляють по 1 ml реактиву Гріса і нагрівають на водяній бані при температурі 70^oC 15 хвилин. Вираховують як і при визначенні аміаку, або використовуючи фото електрокалориметр з кюветою 10 або 50 ml при довжині хвилі 460 …520 нм (зелений світлофільтр)

Нормативи.

У питній воді допускаються тільки сліди азоту нітритів (0,002…0,003 міліграми на літр).

Визначення азоту нітратів проводиться якісно з допомогою дифеніламіну. В пробірку беруть 1 ml досліджуваної води, добавляють до неї маленький кришталик дифеніламіну і 2 ml концентрованої сірчаної кислоти. При наявності нітратів з'являється синє забарвлення у вигляді плями внаслідок утворення дифенілнітрозаміну.

Кількісне визначення азотної кислоти і її солей проводиться колориметричним способом, основаним на здатності досліджуваних речовин з'єднуючись з сульфофенолом давати жовте забарвлення. В якості стандартного розчину використовується азотнокислий калій в кількості 7,22 г на 1 л дистильованої води. 1 ml якого відповідає 1 mg азотного ангідриду Сульфофеноловий розчин складається з кристалічного фенолу 23 г і 37 г чистої сірчаної кислоти (густина 1,84), яку наливають в колбу з довгою вузькою шийкою, закривають не щільно корком і нагрівають на водяній бані 6 годин, а потім зливають в посудину темного кольору і зберігають в темному місці щільно закоркованим.

Приготування колориметру. Взяти 10 ml стандартного розчину азотнокислого калію, випарити до сухого залишку, прибавити 10…15 крапель сульфофенолу, перемішати скляною паличкою і залишити стояти на 5 хв. Після цього добавити 5…10 ml дистильованої води і 10 ml 25% розчину NH_3, вилити в мірний циліндр і долити дистильованою водою до 1000 ml. Одержимо прозорий, жовтого кольору розчин, 1 ml якого уже містить 0,1 mg азотного ангідриду. З цього розчину приготувати колориметр в пробірках, для чого влити в першу пробірку 1 ml, в другу 2,5 ml, в третю 5 ml, в четверту 7,5 ml, в п'яту 10 ml. Долити до 10 ml дистильованою водою. Азотного ангідриду буде міститися в першій пробірці – 0,1 mg, в другій – 0,25 mg, в третій –0,5 mg, в четвертій 0,75 mg, в п'ятій – 1 mg.

Взяти 10 ml досліджуваної води в фарфорову чашку і випарити. Остуджений сухий залишок обробити розчином сульфофенолу (10…15 крапель). Після цього добавити 5…10 ml 25% розчину NH_3 .Одержану суміш вилити в мірний циліндр, а потім долити до 100 ml дистильованою водою.

Одержаний забарвлений розчин з азотнокислих солей, що вміщуються в 10 ml досліджуваної водної витяжки, налити в шосту пробірку і колір її порівняти з кольором пробірок колориметра. Провести вирахування вмісту азотної кислоти. **Допустима кількість –10 mg на літр.**

У питній воді хлориди знаходяться у вигляді хлористого калію, натрію, кальцію, барію. Вони можуть бути органічного і мінерального походження. Наявність у воді хлоридів органічного походження свідчить про те, що вони надходять з продуктами життєдіяльності людини і тварин, із стічними водами та іншими нечистотами і покидьками і є санітарним показником забруднення води особливо якщо поряд з ними виявляються азот вмісні сполуки

Аміак, нітрити ін. Хлориди мінерального походження не псують смак води і не мають санітарного значення . Допустимі норми хлоридів у воді в місцях солончакуватих грунтів до 350 mg/л.

Наявність хлоридів у воді визначають якісно і кількісно. Принцип визначення грунтується на реакції між хлором хлористих сполук і азотнокислим сріблом. Як

наслідок цього утворюється хлористе срібло – майже не розчинна сполука у вигляді білуватої каламуті чи осаду.

$$NaCl + AgNO_3 = AgCl + NaNO_3$$

Обладнання та реактиви 1. Титрований розчин азотнокислого срібла, 1 ml якого може осадити 1 mg іонів хлору. 2. Для визначення титру азотнокислого срібла використовують розчин хлористого натрію, 1 ml якого містить 1 mg хлору. 3. Індикатор–10%-вий нейтральний розчин хромату калію.(K_2CrO_4) 4. Колби, бюретки, піпетки, пробірки.

Якісна проба. У пробірку наливають 10 ml досліджуваної води додають дві краплі розбавленої азотнокислого срібла, утворення білої каламуті свідчить про наявність хлоридів.

Кількісне визначення хлоридів у воді основане на осадженні їх титрованим розчином азотнокислого срібла, вміст хлору вираховують за кількістю розчину, використаного на титрування.

Досліджувану воду по 100 ml наливають у дві колби, прибавляють по 15 крапель розчину хромовокислого калію. Воду в одній з колб титрують розчином азотнокислого срібла, 1 ml якого зв’зує хлоридів. При постійному збовтуванні до переходу жовтого кольору в оранжевий або оранжево-бурий. Другу колбу ставлять поряд з титруємою і постійно порівнюють забарвлення на білому фоні. Записують витрати розчину азотнокислого срібла і проводять розрахунок за слідуючою формулою:

$$X=A*10$$

+Де X – кількість хлору, мг/л, А – кількість розчину азотнокислого срібла, що використано на титрування 100 ml досліджуваної води мл, 10 множник для приведення результатів до 1 літра.

Д\З Орпацювати тему.