

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ**

**МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

**до виконання лабораторних робіт  
з курсу „Інженерна екологія”**

**Донецьк, ДонНТУ, 2008**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДОНЕЦЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ

до виконання лабораторних робіт  
з курсу „Інженерна екологія”  
(для студентів спеціальності 6.091606  
„Хімічна технологія тугоплавких неметалевих і силікатних матеріалів”)

Розглянуто на засіданні  
кафедри “Прикладна  
екологія та охорона  
навколишнього середовища”  
Протокол № 4  
від 24 жовтня 2007 р.

Затверджено на засіданні  
навчально-видавничої  
ради ДонНТУ  
Протокол № 1  
від 25 жовтня 2007 р.

УДК 504.75

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу „Інженерна екологія” (для студентів спеціальності 6.091606 „Хімічна технологія тугоплавких неметалевих і силікатних матеріалів”)/ Укл.: Ю.М. Білогуров, О.В.Булавін, І.Л. Жисліна, О.А. Трошина, А.Ю. Шевченко. - Донецьк: ДонНТУ, 2007. - 28 с.

Головна мета практикуму - ознайомити студентів з методами визначення забруднюючих речовин у ґрунті, воді, повітрі.

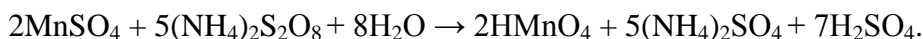
Практикум містить 8 лабораторних робіт, у тому числі визначення рН ґрунту; вмісту в ґрунті марганцю й сірководню; вмісту у воді алюмінію й нікелю, іонів кальцію й магнію; концентрації пилу в повітрі, дисперсного складу пилу. Кожна робота включає практичні рекомендації по обробці результатів досліджень і їх використанню в інженерних розрахунках. При виконанні лабораторних робіт використовують сучасні методи фізико-хімічного аналізу, які застосовують в лабораторіях з охорони навколишнього середовища.

Укладачі:     доцент Ю.М. Білогуров  
                  доцент О.В.Булавін  
                  доцент І.Л. Жисліна  
                  доцент О.А.Трошина  
                  доцент А.Ю. Шевченко

## РОБОТА № 1 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ МАРГАНЦЮ В ҐРУНТІ

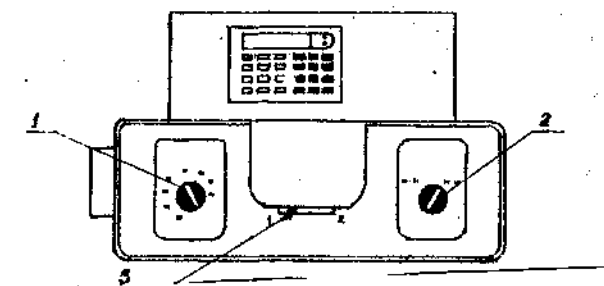
Джерелами забруднення ґрунтів сполуками марганцю можуть бути підприємства кольорової металургії, заводи з виробництва марганцевих феритів, хімічні заводи. Визначення марганцю в ґрунтах засновано на окислюванні іонів марганцю персульфатом амонію в сірчаноокислому розчині в присутності нітрату срібла і фосфорної кислоти з наступним фотометруванням забарвленого розчину. Для визначення марганцю використовують концентраційний фотоелектричний колориметр КФК-2МП (рисунок 1.1).

В реакційному середовищі має місце реакція:



Нітрат срібла є каталізатором зазначеної реакції, а фосфорна кислота зв'язує іони  $\text{Fe}^{3+}$ , що заважають визначенню марганцю.

Гранично допустима концентрація марганцю – 2 мг/кг ґрунту, діапазон концентрацій для визначення – 0,166...16,60 мг/кг ґрунту. Визначенню заважають сполуки хрому.



1 – ручка встановлення світوفільтрів; 2 – ручка встановлення фотоприймача;  
3 – кришка кюветотримачів

Рисунок 1.1 – Фотоелектроколориметр

### 1.1 Практична частина

Реактиви і прилади:

- фотоелектроколориметр КФК-2МП;
- 0,1н и 10 % розчини сірчаної кислоти;
- азотна кислота, концентрована (густ. 1,4 г/см<sup>3</sup>);
- 30 % розчин пероксиду водню;
- ортофосфорна кислота, концентрована (густ. 1,7 г/см<sup>3</sup>);
- 1 % розчин нітрату срібла  $\text{AgNO}_3$ ;
- персульфат амонію  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ ;
- 0,001 н розчин перманганату калію  $\text{KMnO}_4$ .

Усі розчини готують на перегнаній два рази воді.

#### 1.1.1 Підготовка приладу до роботи

Колориметр включають у мережу 220 В, відкривають кришку кюветного відділення і включають тумблер "Сеть". При цьому повинна засвітитися сигнальна лампа і на цифровому табло можуть з'явитися різні символи. Натискають клавішу "Пуск" (на цифровому табло повинна з'явитися миготлива кома) і залишають колориметр у включеному стані протягом 15 хв з відкритою кришкою кюветного відділення. Потім (не закриваючи кришку кюветного

відділення) натискають клавішу "Ш(0)". При цьому на цифровому табло ліворуч від миготливої коми з'явиться цифра 0, а праворуч повинне з'явитися число не менш 0,001 і не більш 1,000.

### 1.1.2 Хід визначення

#### 1.1.2.1 Побудова калібрувального графіка

У мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> вносять 2,0; 5,0; 10,0; 20,0; 25,0 см<sup>3</sup> 0,001н розчину перманганату калію і доводять об'єми розчинів до мітки перегнаною два рази водою (таблиця 1.1). Вимірюють оптичну густину забарвлених розчинів при  $\lambda = 540$  нм (товщина шару 20 мм).

Таблиця 1.1 – Характеристика стандартних розчинів

Характеристика розчину	Номер розчину					
	1	2	3	4	5	6
Об'єм розчину перманганату калію, см <sup>3</sup>	0	2	5	10	20	25
Оптична густина						

Безпосередньо фотометрування виконують наступним чином. Для фотометрування в кюветне відділення встановлюють кювету з "пустим" розчином - № 1 - (у далеке гніздо кюветоутримувача) і кювету з досліджуваним розчином (у ближнє гніздо кюветоутримувача). Ручку 1 (рисунок 1.1) встановлюють у положення "540", а ручку 2 переключають у положення "315-540". Потім у світловий потік уводять кювету з "пустим" розчином (ручка 3 у положенні 1) і закривають кришку кюветного відділення. Після цього натискають клавішу "К(1)" (на цифровому табло з'явиться цифра 1) і переводять ручку 3 у положення 2 (при цьому у світловому потоці знаходиться кювета з досліджуваним розчином). Для виміру оптичної густини натискають клавішу "Д(5)" (на цифровому табло з'явиться ліворуч від миготливої коми цифра 5, а праворуч - значення оптичної густини). Вимір повторюють 3-4 рази; у таблицю 1.1 заносять середнє значення оптичної густини. Потім відкривають кришку кюветного відділення, виймають кювету з досліджуваним розчином і, замінивши розчин на наступний, повторюють вимір. За результатами будують калібрувальний графік, відкладаючи на осі ординат величину оптичної густини, а на осі абсцис - об'єм 0,001 н розчину перманганату калію, см<sup>3</sup>.

#### 1.1.2.2 Проведення аналізу

Попередньо доведений до повітряно-сухого стану і просіяний крізь сито з отворами діаметром 1,0 мм ґрунт поміщають у склянку з притертою пробкою (наважка ґрунту – 5,00 г), доливають 50 см<sup>3</sup> 0,1 н сірчаної кислоти і струшують протягом 30 хв. Суміш фільтрують. По 10 см<sup>3</sup> фільтрату поміщають у дві склянки місткістю 100 см<sup>3</sup>, доливають по 5 см<sup>3</sup> азотної кислоти густиною 1,4 г/см<sup>3</sup>, по 2 см<sup>3</sup> пероксиду водню і нагрівають до утворення сухого залишку. Потім до сухого залишку додають 25 см<sup>3</sup> 10 % сірчаної кислоти і нагрівають його до повного розчинення.

До кожного розчину доливають по 15 см<sup>3</sup> води, 2 см<sup>3</sup> 1 % розчину нітрату срібла і 2 см<sup>3</sup> ортофосфорної кислоти. Суміші нагрівають протягом 5-10 хв. на електричній плитці. Якщо розчин помутніє, його фільтрують. Потім до кожного розчину додають по 2 г персульфату амонію (малими порціями), перемішують і ставлять на гарячу електричну плиту на 10-15 хв. для більш швидкого окислювання марганцю. Коли закінчиться виділення пухирців газу, розчини охолоджують, переливають у мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> і доводять об'єм у кожній колбі до мітки перегнаною два рази водою. Вимірюють оптичну густину розчинів при  $\lambda = 540$  мкм (розчин порівняння - 10 % сірчана кислота) у кюветі з товщиною шару 20 мм.

Кількість перманганату калію (см<sup>3</sup>) в пробі знаходять за калібрувальним графіком.

Вміст марганцю в пробі С, мг/кг, обчислюють за формулою:

$$C = \frac{a \cdot 11}{b},$$

де  $a$ - об'єм 0,001 н розчину перманганату калію, знайдений за графіком,  $\text{см}^3$ , (середня величина з двох рівнобіжних визначень);  
 $b$ -маса ґрунту, що відповідає досліджуваному об'єму розчину проби, г;  
 $11$ - вміст марганцю в I  $\text{см}^3$  0,001 н розчину перманганату калію,  $\text{мкг}/\text{см}^3$ .

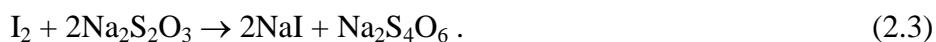
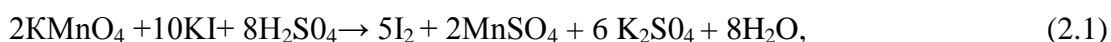
### 1.2 Питання і задачі

1. Як побудувати калібрувальний графік?
2. На чому заснована методика визначення вмісту марганцю в ґрунтах?
3. Як підготувати ґрунт для виконання аналізу по визначенні вмісту марганцю?

## РОБОТА № 2 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ СІРКОВОДНЮ В ҐРУНТІ

Забруднення ґрунту сірководнем відбувається в районах розташування коксохімічних заводів, підприємств по забезпеченню нафтопродуктами, хімічних заводів. Прибережний ґрунт рік й інших водоймищ, куди скидають стічні води цих підприємств, також може бути забруднений сірководнем. Гранично допустима концентрація сірководню 0,4  $\text{мг}/\text{кг}$  ґрунту.

Визначення сірководню виконують йодометричним методом, заснованим на окислюванні сірководню йодом, що виділився під час взаємодії йодиду калію з перманганатом калію в кислому середовищі:



Цей метод дозволяє визначати концентрацію сірководню в межах 0,32...2300  $\text{мг}/\text{кг}$  ґрунту; точність виміру  $\pm 25\%$ .

### 2.1 Практична частина

Реактиви:

- 0,001М розчин перманганату калію  $\text{KMnO}_4$ ;
- 0,005М розчин тіосульфату натрію  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ;
- сірчана кислота густиною 1,84  $\text{г}/\text{см}^3$  (розведена 1:3);
- 10 % розчин йодиду калію  $\text{KI}$ ;
- 1 % розчин крохмалю.

Усі розчини готують на перегнаній два рази воді.

#### 2.1.1 Проведення аналізу

Зважують 100 г ґрунту з точністю  $\pm 0,01\text{г}$ , поміщають наважку в посудину для струшування, доливають 200  $\text{см}^3$  перегнаної два рази води, закривають коркою й струшують протягом 3 хв. Потім розчин фільтрують крізь лійку Бюхнера. У три конічні колби відбирають піпеткою по 50  $\text{см}^3$  фільтрату, додають по краплям сірчаної кислоти (1:3), по 1  $\text{см}^3$  10 % розчину йодиду калію і збовтують. Розчин у колбі титрують 0,001 М розчином перманганату калію до появи жовтого забарвлення. Результати титрування записують в таблицю 2.1.

Оскільки не весь вільний йод, що утворився по реакції (2.1), взаємодіє із сірководнем, якій міститься в пробі в значно меншій кількості, то його надлишок відтитровують 0,005 М розчином тіосульфату натрію, додавши як індикатор кілька крапель 1 % розчину крохмалю. Результати титрування заносять у таблицю 2.1.

Таблиця 2.1 – Результати аналізу досліджуваного розчину

Номер проби	Об'єм розчину $\text{KMnO}_4$ , $V_1$ , $\text{cm}^3$	Об'єм розчину $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ , $V_2$ , $\text{cm}^3$	$\Delta V = V_1 - V_2$ , $\text{cm}^3$
1			
2			
3			

Різниця між об'ємом 0,001 М розчину перманганату калію і об'ємом розчину тіосульфату натрію, відповідає кількості 0,001 М розчину йоду, витраченого на окислювання сірководню в 50  $\text{cm}^3$  фільтрату (1  $\text{cm}^3$  0,001М розчин  $\text{KMnO}_4$  відповідає 0,085 мг сірководню). За результат аналізу приймають середнє значення з трьох визначень.

### 2.1.2 Приклад розрахунку

Різниця між об'ємами 0,001М розчину перманганату калію і розчину тіосульфату натрію, витраченими на титрування, дорівнює 3  $\text{cm}^3$ . Отже, вміст сірководню складає 0,085 x 3=0,225 мг  $\text{H}_2\text{S}$ , що міститься в 50  $\text{cm}^3$  фільтрату. У 200  $\text{cm}^3$  фільтрату (чи відповідно в 100 г ґрунту), міститься 1,02мг  $\text{H}_2\text{S}$ . Звідси концентрація сірководню в ґрунті  $C$  (мг/кг) складає:

$$C = \frac{1000 \cdot 1,02}{100} = 10,2 \text{ мг / кг} .$$

## 2.2 Питання

1. У чому полягає суть титриметричного аналізу? Записати вираження для закону еквівалентів стосовно до об'ємного аналізу.
2. Які хімічні реакції лежать в основі визначення сірководню у ґрунті? Напишіть рівняння реакцій.
3. Як фіксується момент еквівалентності під час визначенні вмісту сірководню у розчині?

## РОБОТА № 3 ВИЗНАЧЕННЯ pH ҐРУНТУ ЗА МЕТОДОМ ЦІНАО

Водневий показник (pH) є однією з характеристик забруднення ґрунту. У ґрунт шкідливі речовини можуть потрапити з атмосфери з викидами промислових підприємств і опадами. З атмосферними опадами можуть попадати розчини азотистої, азотної, сірчистої й сірчаної кислот, що приводить до підкислення ґрунту.

В основу методу визначення водневого показника покладено вимір pH приготовленої сольової витяжки ґрунту розчином хлористого калію. pH сольової витяжки можна вимірювати потенціометричним методом за допомогою приладу „pH – метр” різних марок. На рис.3.1 показана схема одного з найпростіших пристроїв “pH-метр-150”.

### 3.1 Практична частина

Реактиви і прилади:

1М розчин KCl;  
pH-метр;  
термометр 0 - 50°C.

#### 3.1.1 Відбір проби ґрунту

Зразок ґрунту, попередньо доведений до повітряно-сухого стану, подрібнюють та просіюють через сито з отворами  $d=1-2$  мм. Просіяний ґрунт розподіляють на листі паперу

шаром не більш 1 см і відбирають пробу на аналіз у склянку методом квартування, повторюючи цю операцію кілька разів.

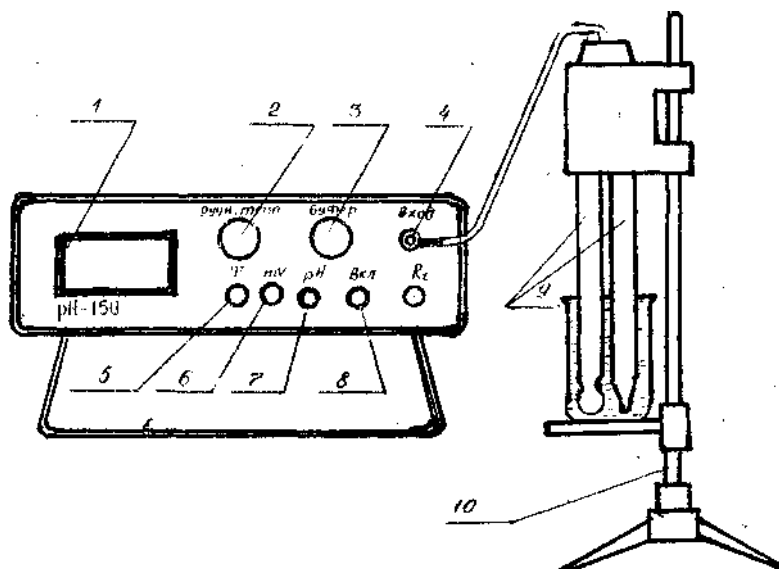
### 3.1.2 Приготування сольової витяжки з ґрунту

Зі склянки з ґрунтом, підготовленої відповідно до п.3.1.1, відбирають у 3 склянки ємністю 200 см<sup>3</sup> наважки ґрунту масою ~ 30 г, зважені з погрішністю не більш  $\pm 0,1$  г. До проб додають по 75 см<sup>3</sup> 1 М розчину КС1, ретельно перемішують протягом 1 хвилини і вимірюють рН отриманої суспензії згідно інструкції до рН-метру.

Перед проведенням виміру перевіряють рН 1 М розчину хлористого калію. При цьому величина рН розчину повинна бути в інтервалі 6,8-7,2. Для цього в склянку ємністю 50 см<sup>3</sup> наливають близько 20 см<sup>3</sup> розчину КС1, занурюють у нього електроди і вимірюють величину рН.

Показання приладу зчитують не раніше, ніж через 1 хв. після занурення електродів у розчин. Після виміру електроди промивають водою (залишки води видаляють фільтрувальним папером) і проводять вимір рН аналізованої суспензії. Допускається перемішування суспензій після занурення в них електродів.

Після закінчення роботи із приладом електроди для виміру рН споліскують дистильованою водою і залишають їх зануреними в склянку з водою чи розчином 0,1 М соляної кислоти.



1 – індикатор; 2 – ручка установки температури розчину; 3 – ручка для настройки по буферному розчину; 4 – гніздо для підключення електродів; 5 – кнопка вимірювання температури; 6 – кнопка вимірювання мВ; 7 – кнопка вимірювання рН; 8 – кнопка включення; 9 – електроди; 10 – штатив

Рисунок 3.1- Прибор “рН-метр-150”

### 3.2 Питання і задачі

1. Що таке рН? Як визначається рН? Які індикатори застосовують для визначення рН?
2. Концентрація іонів водню в розчині дорівнює  $3 \cdot 10^{-3}$  моль-іон/дм<sup>3</sup>. Чому дорівнює рН?
3. Чому проби ґрунтів, відібрані з різних районів міста, мають різне значення рН? Що впливає на величину рН ґрунту?
4. Як підготувати пробу ґрунту для аналізу?



## РОБОТА № 4 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ АЛЮМІНІЮ У ВОДІ

В основу методу визначення вмісту алюмінію у воді покладене утворення забарвленого комплексу алюмінію з алюміноном у кислому середовищі з послідуочим фотометруванням.

Визначенню алюмінію заважають: іони заліза ( $Fe^{3+}$ ), хлор, фторид-іони (більш  $0,3 \text{ мг/дм}^3$ ), поліфосфати і фосфати (більш  $0,2 \text{ мг/дм}^3$ ), деякі органічні речовини.

Вплив іонів заліза  $Fe^{3+}$  і залишковий активний хлор усувають відновленням їх аскорбіноювою кислотою.

### 4.1 Практична частина

Реактиви і прилади:

- робочий стандартний розчин алюмінію (концентрація алюмінію  $0,002 \text{ мг/см}^3$ );
- основний стандартний розчин з масовою концентрацією алюмінію  $0,1000 \text{ г/дм}^3$ ;
- сульфат амонію (розчин  $50 \text{ г } (NH_4)_2SO_4$  у  $100 \text{ см}^3$  води);
- ацетатний буферний розчин;
- розчин алюмініона;
- фотоелектроколориметр КФК-2МП.

4.1.1 Підготовка приладу до роботи (див. роботу № 1)

4.1.2 Хід визначення

4.1.2.1 Для приготування робочого стандартного розчину алюмінію з масовою концентрацією  $0,002 \text{ мг/см}^3$   $2 \text{ см}^3$  основного стандартного розчину концентрацією  $0,1000 \text{ г/дм}^3$  поміщають у мірну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$  і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Розчин готують у день проведення аналізу.

4.1.2.2 Для приготування допоміжних розчинів для побудови калібрувального графіка у мірні колби місткістю  $50 \text{ см}^3$  поміщають зазначені в таблиці 4.1 об'єми робочого стандартного розчину алюмінію, додають у колби дистильовану воду до об'єму приблизно  $20\text{-}25 \text{ см}^3$ , доливають по  $1 \text{ см}^3$  розчину сульфату амонію, додають по  $2 \text{ см}^3$  розчину алюмініона і ретельно перемішують. Через  $3\text{-}5$  хв доливають  $15 \text{ см}^3$  ацетатного буферного розчину і доводять об'єм розчинів до мітки дистильованою водою.

Таблиця 4.1 – Характеристика розчинів для побудови калібрувального графіка

Характеристика Розчину	Номер розчину							
	1	2	3	4	5	6	7	8
Об'єм стандартного розчину алюмінію, $\text{см}^3$	0	0,5	1,0	2,0	3,0	4,0	5,0	6,0
Вміст алюмінію в пробі, мкг	0,0	1,0	2,0	4,0	6,0	8,0	10,0	14,0

4.1.2.3 Аналіз вмісту алюмінію у воді виконують наступним чином.

У 2 мірні колби (проби № 9 і 10) місткістю  $50 \text{ см}^3$  поміщають по  $25 \text{ см}^3$  досліджуваної води, додають по  $1 \text{ см}^3$  розчину  $(NH_4)_2SO_4$ , перемішують і додають по  $2 \text{ см}^3$  розчину алюмініона. Розчини перемішують, через  $3\text{-}5$  хв доливають по  $15 \text{ см}^3$  ацетатного буферного розчину і доводять об'єми розчинів до мітки дистильованою водою.

Через  $20$  хвилин вимірюють оптичну густину досліджуваних стандартних розчинів при довжені хвилі  $540 \text{ мкм}$  у кюветі з товщиною шару рідини  $30 \text{ мм}$  відносно "пустої" проби (розчин №1). Порядок виконання вимірювань оптичної густини наведено у роботі № 1.

Результати заносять у таблицю 4.2.

Таблиця 4.2 – Результати визначення оптичної густини стандартних та досліджуваних розчинів

Номер проби	Вміст алюмінію		Оптична густина
	Мкг/50 см <sup>3</sup> розчину	мг/дм <sup>3</sup> розчину	
1	0		
2	1,0		
3	2,0		
4	4,0		
5	6,0		
6	8,0		
7	10,0		
8	14,0		
9(досл.)			
10(досл.)			

#### 4.1.3 Обробка результатів

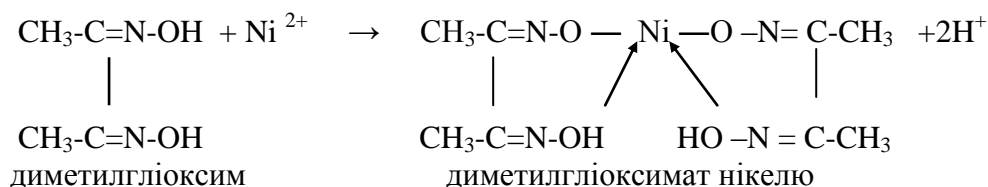
За одержаними результатами будують калібрувальний графік, відкладають на осі абсцис попередньо розраховану концентрацію алюмінію (мг/дм<sup>3</sup> води), а на осі ординат - оптичну густина стандартних розчинів. Вміст алюмінію в досліджуваній воді знаходять за допомогою калібрувального графіка, обчислив середнє значення.

#### 4.2 Питання

1. Яким чином сполуки алюмінію можуть влучити в відкриті водоймища?
2. Які виробництва можуть бути джерелами алюмінію в стічних водах?
3. Що лежить в основі методу фотоколориметричного визначення алюмінію в воді ?  
Що таке алюмініон ?
4. Які іони мішають визначенню алюмінію? Як усунути їх вплив?

### РОБОТА № 5 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ НІКЕЛЮ У ВОДІ

Нікель є одним з токсичних елементів, вміст яких у воді регламентовано. Гранично допустима концентрація нікелю у воді 0,1 мг/дм<sup>3</sup>. Одним з методів визначення нікелю у воді є колориметричний метод, заснований на утворенні комплексної сполуки під час взаємодії нікелю з диметилглюксимом:



У результаті реакції утворюється внутрікомплексна сіль нікелю (диметилглюксимат нікелю), забарвлена в характерний червоний колір.

Нижня межа виявлення нікелю 0,05 мг/дм<sup>3</sup>, точність визначення  $\pm 25\%$ ; діапазон вимірюваних концентрацій 0,055...0,22 мг/дм<sup>3</sup>.

Визначенню заважають іони міді  $\text{Cu}^{+2}$ , заліза  $\text{Fe}^{+3}$  і хрому  $\text{Cr}^{+6}$  при вмісті їх у воді понад  $10 \text{ мг/дм}^3$ , які утворюють в умовах аналізу забарвлені сполуки. Їхній вплив усувають відновленням лимонною кислотою.

У присутності окислювача (броду, йоду, гіпохлорит- чи персульфат-іонів) у лужному середовищі нікель утворює з диметилглюксимом забарвлену у винно-червоний колір сполуку. Зазвичай реакцію проводять в аміачному середовищі.

### 5.1 Практична частина

Прилади і реактиви:

- фотоелектроколориметр КФК-2МП;
- 0,1н розчин йоду ;
- 5 %-ний розчин гідроксиду амонію;
- 1 % -ний спиртовий розчин диметилглюксиму;
- стандартний розчин  $\text{NiSO}_4$ , що містить  $0,01 \text{ мг/см}^3$  іонів нікелю.

5.1.1 Підготовка приладу до роботи (див. роботу № 1)

5.1.2 Проведення аналізу

5.1.2.1 Для приготування робочого розчину нікелю  $100 \text{ см}^3$  стандартного розчину нікелю ( $\text{C}_{\text{Ni}^{+2}} = 0,01 \text{ мг/ см}^3$ ) кількісно переносять у мірну колбу на  $200 \text{ см}^3$  і доводять до мітки дистильованою водою. Вміст нікелю (+2) у робочому розчині  $0,005 \text{ мг/см}^3$ .

5.1.2.2 Для побудови калібрувального графіка у 7 мірних колб ємністю  $100 \text{ см}^3$  кількісно переносять такі кількості робочого розчину, як наведено у таблиці 5.1.

У кожену колбу вносять приблизно по  $40 \text{ см}^3$  дистильованої води, по  $0,5 \text{ см}^3$  0,1 н розчину йоду. Потім по краплях доливають 5%-ний розчин аміаку до зникнення жовтого забарвлення, після чого додають ще по  $1 \text{ см}^3$  розчину аміаку і по  $2 \text{ см}^3$  розчину диметилглюксима. Розчини в колбах доводять до мітки.

Оптичну густину вимірюють при  $\lambda=490 \text{ нм}$  у кюветі з товщиною шару  $30 \text{ мм}$  щодо розчину порівняння № 1. Результати заносять у таблицю 5.1.

Таблиця 5.1 – Характеристика розчинів

Номер проби	Об'єм стандартного розчину	Вміст нікелю		Оптична густина
		Мкг	мг/ дм <sup>3</sup>	
1	0	0	0	
2	4			
3	6			
4	8			
5	10			
6	12			
7	16			
8(досл.)				
9(досл.)				

За одержаними результатами будують калібрувальний графік.

5.1.2.3 Для визначення вмісту нікелю у воді у 2 мірні колби по  $100 \text{ см}^3$  відбирають по  $10 \text{ см}^3$  досліджуваної води (розчини № 8 і 9, таблиця 5.1) і додають усі необхідні розчини, як описано вище (п.5.1.2.2), і вимірюють оптичну густину. За калібрувальним графіком визначають вміст нікелю у воді. Якщо оптична густина досліджуваного розчину менше 0,1, необхідно збільшити товщину шару досліджуваної води у кюветі.

## 5.2 Питання

1. На чому заснований колориметричний метод визначення вмісту нікелю у воді?
2. Яка існує залежність між оптичною густиною розчину і концентрацією розчиненої речовини?
3. Які речовини заважають визначенню нікелю? Чому?
4. Чому під час підготовки стандартних розчинів для побудови калібрувального графіка їх обробляють так само, як і досліджувану пробу?

### РОБОТА № 6 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ІОНІВ КАЛЬЦІЮ І МАГНІЮ, ІОНІВ ГІДРОКАРБОНАТІВ І КАРБОНАТІВ У ВОДІ

Іони кальцію й магнію є постійними компонентами природних й стічних вод. Їх вміст у природних умовах залежить від рівноваги карбонатних солей, вільної вуглекислоти у воді, а також від геологічних умов у водоносних шарах.

Концентрація іонів кальцію й магнію у стічних водах залежить від характеру виробництва й кількості технологічних викидів, що вловлюються водою. Для визначення сумарного вмісту іонів кальцію й магнію (у ммоль-екв/дм<sup>3</sup>) використовують об'ємний трилонометричний метод. Спочатку титруванням проби води трилоном Б у присутності аміачного буферного розчину (індикатор – хром темносиній або хромоген чорний) визначають суму катіонів кальцію й магнію (що відповідає загальній твердості води). Потім визначають вміст іонів кальцію титруванням проби води трилоном Б у сильнолужному середовищі (рН=12...13) у присутності індикатора мурексиду (пурпурата амонію). За різницею сумарного вмісту іонів кальцію й магнію у воді й окремо іонів кальцію визначають вміст іонів магнію.

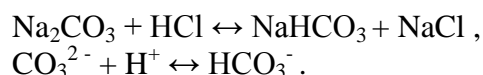
Присутність завислих речовин у воді перешкоджає аналізу. Тому для дослідження беруть фільтрат. На хід визначення вмісту іонів кальцію впливають аніони  $\text{CO}_3^{2-}$ ,  $\text{HCO}_3^-$ . Для усунення їх впливу досліджувану воду титрують відразу ж після додавання луги.

У природних водах присутня як вільна вуглекислота, так і зв'язана. Зв'язана вуглекислота присутня у гідрокарбонатній і карбонатній формі. Вміст різних форм вуглекислоти у воді залежить від значення рН. Усі форми вуглекислоти можуть переходити одна в іншу при зміні рН. На цьому базується визначення вмісту гідрокарбонатів і карбонатів у воді.

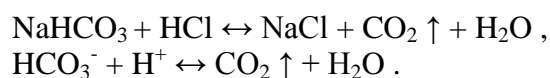
При одночасній присутності іонів  $\text{HCO}_3^-$  і  $\text{CO}_3^{2-}$  у воді визначення ведуть в одній пробі. Іони  $\text{HCO}_3^-$  і  $\text{CO}_3^{2-}$  визначають лужність. Визначення базується на нейтралізації лужності, що утворюється цими іонами, розчином соляної кислоти. У присутності  $\text{HCl}$  іони  $\text{HCO}_3^-$  і  $\text{CO}_3^{2-}$  переходять у вільну вуглекислоту.

Карбонати взаємодіють з  $\text{HCl}$  у дві стадії.

На першій стадії карбонати переходять у гідрокарбонати (рН  $\approx$  8,4):



На другій стадії гідрокарбонати, що утворилися, переходять у вільну вуглекислоту (рН  $\approx$  4,4):



Таким чином, об'єм кислоти, що витратився на перевод іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  у іони  $\text{HCO}_3^-$ , відповідає половині карбонатів, що містяться у воді. Проба, яка відтитрована розчином  $\text{HCl}$  у

присутності фенолфталеїну, містить гідрокарбонати, що знаходилися у воді раніше, і гідрокарбонати, що утворилися із карбонатів.

Гідрокарбонати переводять у вільну вуглекислоту наступним титруванням цієї самої проби кислотою у присутності метилоранжу.

При розрахунку вмісту іонів  $\text{CO}_3^{2-}$  у воді об'єм  $\text{HCl}$ , який витрачений на титрування води з фенолфталеїном, відповідно удвоюється. При розрахунку кількості гідрокарбонатів із об'єму кислоти, який витрачений на титрування води у присутності метилоранжу, віднімається об'єм, який витрачений на титрування з фенолфталеїном.

Карбонат-іони містяться у лужних водах. Зазвичай питна вода не містить карбонатів, на що вказує відсутність рожевого забарвлення при додаванні до води фенолфталеїну. У цьому випадку у воді визначають тільки гідрокарбонати титруванням кислоти у присутності метилоранжу:



### 6.1 Практична частина

#### 6.1.1 Визначення сумарного вмісту іонів кальцію й магнію

Реактиви:

трилон Б (0,05н розчин);

буферний розчин (до 20 г  $\text{NH}_4\text{Cl}$  додають 100  $\text{cm}^3$  25%-го розчину аміаку і доводять загальний об'єм розчину дистильованою водою до одного  $\text{dm}^3$ );

індикатор (кислотний хром темносиній).

##### 6.1.1.1 Хід визначення

У конічну колбу місткістю 250  $\text{cm}^3$  уводять 100  $\text{cm}^3$  відфільтрованої досліджуваної води, додають 5  $\text{cm}^3$  буферного розчину и 5-7 крапель індикатору хром темносинього. Отриманий розчин малиново- червоного кольору титрують 0,05н розчином трилона Б (при енергійному струшуванні) до зміни забарвлення на синє. Титрування здійснюють три рази, результати вносять у таблицю 6.1.

Таблиця 6.1 – Результати визначення вмісту іонів кальцію й магнію

Номер досліджу	Об'єм трилона Б, витраченого на титрування з хром темносинім, $\text{cm}^3$	Об'єм трилона Б, витраченого на титрування з мурексидом, $\text{cm}^3$	Сумарний вміст іонів кальцію й магнію у воді		Вміст іонів кальцію у воді		Вміст іонів магнію у воді	
			ммоль-екв/ $\text{dm}^3$	мг/ $\text{dm}^3$	Ммоль-екв/ $\text{dm}^3$	Мг/ $\text{dm}^3$	Ммоль-екв/ $\text{dm}^3$	мг/ $\text{dm}^3$
1								
2								
3								

##### 6.1.1.2 Розрахунок

Сумарний вміст іонів кальцію й магнію А (ммоль-екв/ $\text{dm}^3$ ) у воді розраховуємо за формулою:

$$A = \frac{V_T C_T}{V_{\text{H}_2\text{O}}} 1000 ,$$

де  $V_T$  – об'єм розчину трилона Б, витраченого на титрування з хром темносинім,  $\text{см}^3$ ;  
 $C_T$  – нормальність розчину трилона Б ( $0,05$  ммоль-екв/ $\text{дм}^3$ );  
 $V_{\text{H}_2\text{O}}$  – об'єм досліджуваної води, який взятий для титрування,  $\text{см}^3$ .  
 Результати розрахунків заносимо до таблиці 6.1.

### 6.1.2 Визначення вмісту іонів кальцію

Реактиви:

трилон Б ( $0,05$  н розчин);  
 NaOH ( $2$ н розчин);  
 індикатор мурексид ( $0,5$  г мурексиду розтирають з  $9,5$  г NaCl).

#### 6.1.2.1 Хід визначення

У конічну колбу місткістю  $250$   $\text{см}^3$  уводять  $100$   $\text{см}^3$  відфільтрованої досліджуваної води, додають  $2$   $\text{см}^3$   $2$ н розчину NaOH, перемішують, додають  $10$  мг суміші мурексиду з NaCl і титрують  $0,05$ н розчином трилону Б при інтенсивному струшуванні. Перехід забарвлення розчину від червоного до фіолетового свідчить про закінчення титрування. Титрування проводять три рази, результати заносять до таблиці 6.1.

#### 6.1.2.2 Розрахунок

Вміст іонів кальцію В (ммоль-екв/ $\text{дм}^3$ ) у воді розраховують за формулою:

$$B = \frac{V_T \cdot C_T}{V_{\text{H}_2\text{O}}} \cdot 1000,$$

де  $V_T$  – об'єм розчину трилона Б, витраченого на титрування з мурексидом,  $\text{см}^3$ ;  
 $C_T$  – нормальність розчину трилона Б ( $0,05$  ммоль-екв/ $\text{дм}^3$ );  
 $V_{\text{H}_2\text{O}}$  – об'єм досліджуваної води, який взятий для титрування,  $\text{см}^3$ .  
 Результати розрахунку заносять до таблиці 6.1.

### 6.1.3 Визначення вмісту іонів магнію

Вміст іонів магнію у досліджуваній воді визначають, віднімаючи із сумарного вмісту іонів кальцію й магнію вміст іонів кальцію. Результати заносять до таблиці 6.1.

### 6.1.4 Визначення вмісту іонів гідрокарбонатів і карбонатів

Реактиви:

HCl ( $0,1$ н розчин);  
 фенолфталеїн ( $0,1\%$  розчин);  
 метилоранж ( $0,02\%$  розчин).

#### 6.1.4.1 Хід визначення

У конічну колбу місткістю  $250$   $\text{см}^3$  відміряють  $100$   $\text{см}^3$  досліджуваної води, уводять  $2-3$  краплі фенолфталеїну й титрують  $0,1$ н розчином HCl до зникнення рожевого забарвлення. Результати заносять до таблиці 6.2. До проби, яка вже відтитрована, додають  $2-3$  краплі метилоранжу і титрують  $0,1$ н розчином HCl до переходу забарвлення до оранжевого. Результати додають до таблиці 6.2.

Таблиця 6.2 – Результати визначення вмісту гідрокарбонат-іонів, карбонат-іонів

Об'єм НСІ, витрачений на титрування у присутності фенолфталеїну, см <sup>3</sup>	Об'єм НСІ, витрачений на титрування у присутності метилоранжу, см <sup>3</sup>	Вміст іонів CO <sub>3</sub> <sup>2-</sup> у лужному середовищі, мг/дм <sup>3</sup>	Вміст іонів HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> у лужному середовищі, мг/дм <sup>3</sup>	Вміст іонів HCO <sub>3</sub> <sup>-</sup> у водопровідній воді, мг/дм <sup>3</sup>
1				
2				
3				

Таке ж випробування проводять з водопровідною водою.

#### 6.1.4.2 Розрахунок

Вміст іонів CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> (C<sub>1</sub>) у досліджуваній воді, мг/л, складе:

$$C_1 = \frac{2 V_1 C_{\text{НСІ}} E_1 1000}{V},$$

де V<sub>1</sub> – об'єм розчину НСІ, витраченого на титрування проби води у присутності фенолфталеїну, см<sup>3</sup>;

C<sub>НСІ</sub> – нормальність розчину НСІ;

E<sub>1</sub> – маса молю еквіваленту іонів CO<sub>3</sub><sup>2-</sup> (30 г/моль);

V – об'єм проби, см<sup>3</sup>.

Вміст іонів HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (C<sub>2</sub>) у досліджуваній воді, мг/дм<sup>3</sup>, складе:

$$C_2 = \frac{(V_2 - V_1) C_{\text{НСІ}} E_2 1000}{V},$$

де V<sub>2</sub> – об'єм розчину НСІ, витраченого на титрування проби води у присутності метилоранжу, см<sup>3</sup>;

E<sub>2</sub> – маса молю еквіваленту іонів HCO<sub>3</sub><sup>-</sup> (61,018 г/моль).

У випадку, коли у воді присутні тільки гідрокарбонати, розрахунок ведуть за формулою:

$$C_2 = \frac{V_2 N E_2 1000}{V},$$

Результати розрахунку вносять у таблицю 6.2.

### 6.2 Питання

1. Чим обумовлена присутність кальцію й магнію у природних і стічних водах ?
2. У чому полягає суть об'ємного трилонометричного методу визначення вмісту іонів?
3. Чому дорівнює вміст іонів магнію у 2 дм<sup>3</sup> води, якщо відомо, що на титрування з мурексидом 100 см<sup>3</sup> води витрачено 10 см<sup>3</sup> 0,01н розчину трилону Б, а сумарний вміст іонів кальцію й магнію дорівнює 8 ммоль-екв/дм<sup>3</sup> ?
4. Які сполуки вуглекислоти присутні у природних водах ?

5. Яким методом визначають вміст іонів карбонатів і гідрокарбонатів у природній воді при їх сумісній присутності ?
6. Як розрахувати вміст іонів гідрокарбонатів, якщо карбонат-іони відсутні ( в мг/дм<sup>3</sup> і ммоль-екв/дм<sup>3</sup>) ?

## РОБОТА №7

### МІКРОСКОПІЧНЕ ДОСЛІДЖЕННЯ ДИСПЕРСНОГО СКЛАДУ ПРОМИСЛОВОГО ПИЛУ І ПОДРІБНЕНИХ МАТЕРІАЛІВ

Тверді частки в дисперсних системах можуть утворюватися в результаті процесів подрібнення, конденсації й різних хімічних реакцій. Під впливом газових чи повітряних потоків вони переходять у завислий стан і за певних умов утворюють те, що прийнято називати пилом.

Пил являє собою дисперсну систему з газоподібним дисперсійним середовищем і твердою дисперсною фазою, що складається з часток, які за розміром знаходяться в діапазоні від близьких до молекул до видимих неозброєним оком і мають властивість знаходитися в завислому стані більш-менш тривалий час.

Промисловий пил за оптичними властивостями поділяється на 3 класи:

- а) грубий - з частками розміром більше 10 мм, що видимі неозброєним оком;
- б) мікроскопічний - з частками від 10 мкм до 0.25 мкм, які в основному визначаються в світлі, що проходить, при мікроскопії;
- в) субмікроскопічний - з частками менше 0.25 мкм визначеними за допомогою ультрамікроскопа.

Граничні розміри часток (чи найменша відстань між 2 крапками і лініями, що ще можуть бути видимими роздільно) при різних методах спостереження за допомогою оптичних приладів наступні (у мкм):

- а) неозброєним оком - 100;
- б) під мікроскопом:
  - у білому світлі без иммерсії - 0.255;
  - у синьому світлі при косому освітленні - 0.23;
  - в ультрафіолетових променях - 0.12;
  - в ультрамікроскопі - 0.006.

Мікроскопія зі звичайною світловою оптикою застосовується для дослідження часток розміром вище 0.5 мкм.

Виходячи з необхідної точності вимірів і щільності препарату, визначають число полів, які необхідно переглянути. Оскільки в звичайних порошках дрібних часток міститься значно більше, ніж великих, площа препарату, що підлягає перегляду, зростає зі збільшенням розміру часток.

Мікроскопічний метод має деякі переваги в порівнянні з іншими методами встановлення дисперсного складу:

- можливість безпосереднього прямого спостереження часток;
- можливість спостереження форми часток.

#### 7.1 Практична частина

##### 7.1.1 Устаткування, прилади

Оптичний мікроскоп. Ультразвуковий диспергатор УЕДН-1. Мікромметр окулярний гвинтовий МОВ-1-15. Склянка ємкістю 50 см<sup>3</sup>. Предметне скло. Накривне скло. Скляні палички. Дисперсійна рідина. Піпетка. Бязь. Досліджувані об'єкти.



## 7.1.2 Порядок виконання роботи

Дисперсний аналіз пилу включає 2 стадії:

- а) диспергування наважки пилу в рідкому середовищі;
- б) визначення дисперсного складу проби пилу мікроскопічним методом.

7.1.2.1 Препарування на предметне скло проб порошкоподібного матеріалу або уловленого пилу за допомогою диспергатора УЗДН-1

Наважку пилу чи порошкоподібного матеріалу в заданій кількості (у залежності від щільності матеріалу) переміщують у склянку ємкістю 50 см<sup>3</sup>, заливають 20-30 см<sup>3</sup> дисперсійної рідини і диспергують на ультразвуковій установці типу УЗДН-1, що складається з генератора і випромінювача. Диспергацію проби проводять у такий спосіб:

- включають водяне охолодження випромінювача;
- опускають у склянку з досліджуваною пробкою робочий орган і відкривають подачу води по шлангах для охолодження соленоїда (рисунок 7.1).

Увага! Працювати на приладі без водяного охолодження соленоїдів категорично заборонено!

- ручкою "частота КГц" на панелі генератора встановлюють значення частоти, що відповідає частоті підключеного випромінювача;
- ручку "Потужність" виводять уліво до відмовлення;
- включають тумблер "Мережа" генератора, при цьому починає працювати вентилятор.

Після прогріву ламп (не менш 1 хвилини) включають тумблер "анод";

Увага! При непрацюючому вентиляторі прилад не включати, тому що це призводить до виходу з ладу генератора.

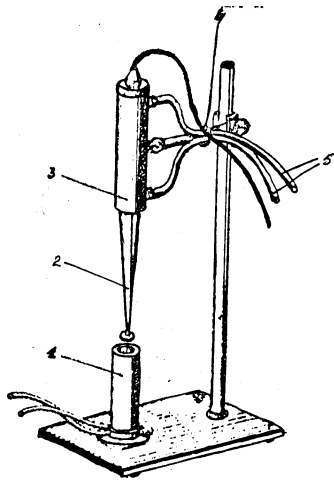
- налагоджування системи в резонанс роблять ручкою "Частота плавно" по максимуму кавітаційного шуму. Потужність випромінювача встановлюють на 30% (0,3);
- диспергують пробу протягом 1-2 хвилин;
- ручку "Частота" плавно виводять уліво до відмовлення;
- виключають тумблер "Анод";
- відбирають піпеткою отриману суспензію і наносять 1-2 краплі на центр предметного скла. Щоб уникнути осідання часток, відбір піпеткою суспензії необхідно робити швидко, відразу ж після припинення диспергування;
- поміщають предметне скло з досліджуваною суспензією на предметний столик оптичного мікроскопа;
- виключають тумблер "Мережа" генератора;
- закривають воду, що надходила для охолодження робочого випромінювача.

При роботі з ультразвуковим диспергатором УЗДН-1 необхідно пам'ятати, що напруга застосовувана в приладі небезпечна для життя. Тому генератор повинен бути заземлений.

7.1.2.2 Дослідження дисперсної сполуки чи пилу порошкоподібного матеріалу за допомогою оптичного мікроскопу проводиться у наступній послідовності:

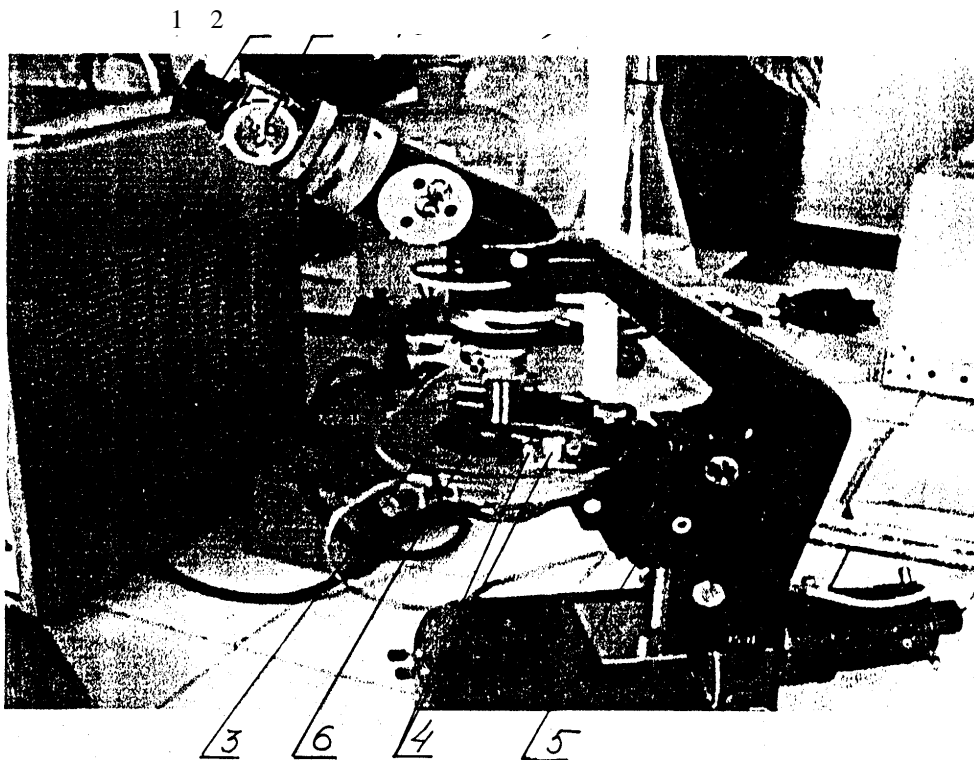
- включають тумблер "Мережа" понижуючого трансформатора;
- ставлять приставку МОВ-1-15 (рисунок 7.2). Мікрометр (рисунок 7.3а) складається з окуляра зі збільшувачем, нерухомої шкали 1, біштриха 2, рухливої шкали 3 і рукоятки мікрометричного гвинта 4. Риска переміщується за допомогою мікрометричного гвинта 2 (рисунок 7.2) із кроком 1 мм, на барабані якого нанесено 100 поділок. Ціна поділки 0.1 мм. За один оборот гвинта біштрих переміщується на одну поділку шкали (рисунок 7.3а);

- переконуються, що штрихи нерухомої шкали паралельні біштриху. Далі необхідно перевірити установку нуля. Для цього ліву риску біштриха підводять до нульового розподілу нерухомої шкали 1 (Рисунок 7.3а) і знімають показники з рухливої шкали 3 на барабані мікрометричного гвинта, що повинні дорівнювати нулю;



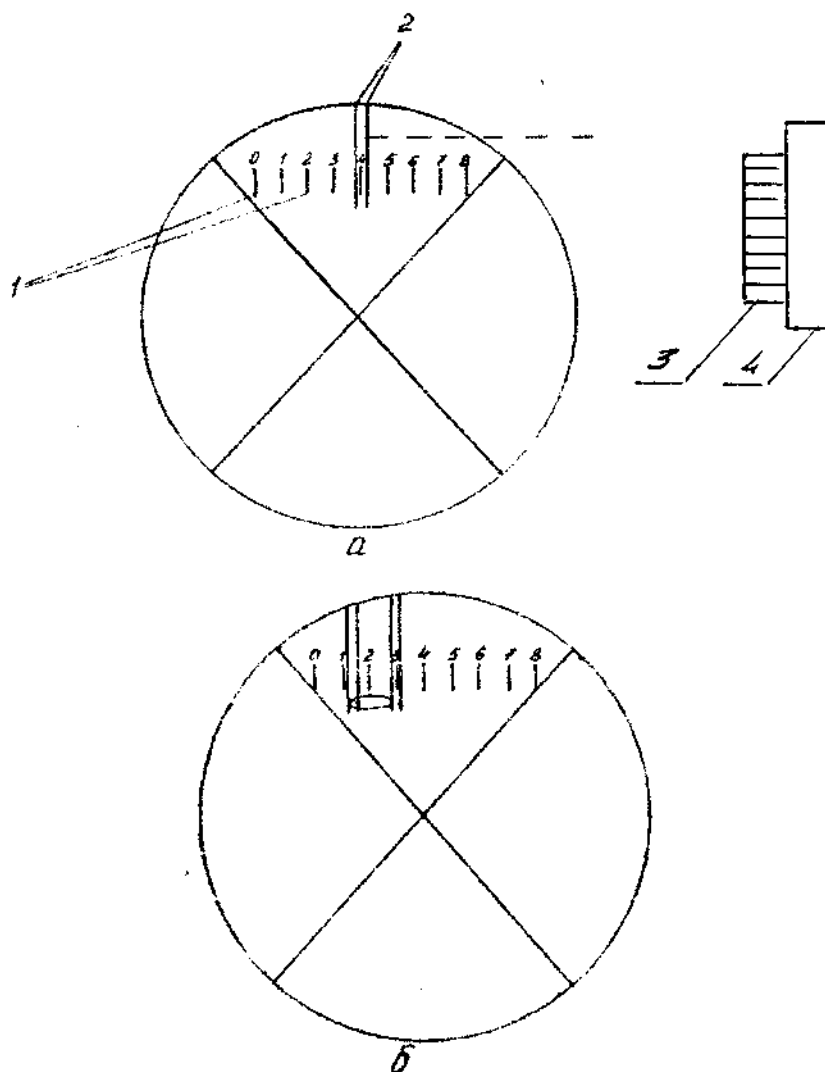
1 - склянка з досліджуваною пробою; 2 - робочий орган; 3 - соленоїд; 4 - шнур токопривіду випромінювача; 5 - трубки для підведення охолоджуючої рідини

Рисунок 7.1 - Штатив з випромінювачем і склянкою для охолодження



1 - приставка МОВ-1-15; 2 - мікрометричний гвинт; 3 - предметний столик;  
4 - клеми; 5 - рукоятки; 6 - предметне скло

Рисунок 7.2 - Оптичний мікроскоп



- а) рухливе перехрестя у вигляді біштриха приладу МОВ-1-15:  
 1-нерухома шкала; 2-біштрих; 3-рухлива шкала; 4-рукоятка мікрометричного гвинта;  
 б) схема виміру

Рисунок 7.3 - Схема приладу МОВ-1-15

- загальне збільшення оптичного мікроскопа підраховують за формулою:

$$\Gamma = \text{Воб} \times \text{Вокм},$$

де  $\Gamma$  - загальне збільшення мікроскопа;  
 $\text{Воб}$  - збільшення об'єктива (40);  
 $\text{Вокм}$  - збільшення приставки МОВ-1-15 (15);

$$\Gamma = 15 \times 40 = 600;$$

- установлюють на предметний столик 3 ( рисунок 7.2) мікроскопа досліджуваний об'єкт і притискають його клемами 4;

- піднімають предметний столик мікроскопа за допомогою рукояток 5 доти, поки в полі зору мікроскопа не з'явиться чітке зображення часток досліджуваного пилу; настроювання різкості виробляється переміщенням предметного столика мікроскопа вниз;

- за допомогою мікрометра МОВ-1-15 визначають розмір і кількість усіх часток, що знаходяться у полі зору мікроскопа. Для цього рукояткою мікроскопічного гвинта 4 (рисунок 7.2) підводять ліву риску біштриха до лівого краю частки і знімають показання МОВ по нерухомій шкалі 1 (рисунок 7.3б) - цілі, а по рухливій шкалі 3 - десяти й соті долі; потім підводять ліву риску біштриха до правого краю частки і знову знімають показання. Дані заносять у відповідні стовпчики таблиці 7.1. Різниця між показаннями праворуч і ліворуч відповідає розміру частки по МОВ (мм). Наприклад,  $2.8 - 1.2 = 1.6$  мм;

- для визначення дисперсного складу досліджуваного пилу, переглядають кілька таких полів з реєстрацією розміру часток, що там знаходяться. Кількість обмірюваних часток повинна бути не менш 100;

- результати вимірів заносять у таблицю 7.1;

Таблиця 7.1 - Результати вимірювання розміру часток

№	Показання МОВ		Розміри часток	
	Ліворуч, мм	Праворуч, мм	По МОВ, мм	Дійсний розмір, мкм

- знімають зі столика досліджуваній зразок і виключають тумблер "Мережа" понижуючого трансформатора;

- дійсний розмір частки в мкм оцінюють, розділивши числове значення розміру часток по МОВ-1-15 (у мм) на загальне збільшення мікроскопа;

### 7.1.3 Аналіз результатів вимірювання

Результати експериментальних визначень дисперсного складу пилових і порошкоподібних препаратів представляють у вигляді таблиці й у процентному співвідношенні різних фракцій пилу (порошку).

Результати вимірювання обробляють у наступній послідовності:

- одержавши експериментально розмір часток кожної фракції в мм, визначають їхню загальну кількість F;

- визначають розмір кожної частки в мікрометрах;

- групують переглянуті на всіх полях частки за розміром (по фракціях). Наприклад: часток розміром 1.6...2.5 мкм мається 15 штук і т.д.

- визначають долю часток (Q) кожної фракції за формулою:

$$Q = q \times 100 / F;$$

де Q - доля часток кожної фракції;

q - кількість часток, з визначеними розмірами;

F - загальна кількість часток;

Результати обробки зводять у таблицю 7.2.

Використовуючи дані таблиці, будують криву залежності (рисунок 7.4), що визначає долю часток з розмірами, які знаходяться в інтервалі  $x \dots x+dx$ . Площа, обмежена диференційною кривою розподілу, віссю абсцис і двома ординатами, що відповідають абсцисам «x» і «x+dx», виражає розрахункову долю часток із зазначеними розмірами; основна перевага диференційної кривої - її наочність.

Таблиця 7.2 - Фракційний склад пилу

Фракція, мкм	Перелік часток у фракції	Кількість часток	Середній розмір часток, мкм	Доля часток, %

З отриманих даних роблять висновки про дисперсність досліджуваного об'єкта, і про можливі способи очищення повітряного потоку від дисперсних часток.

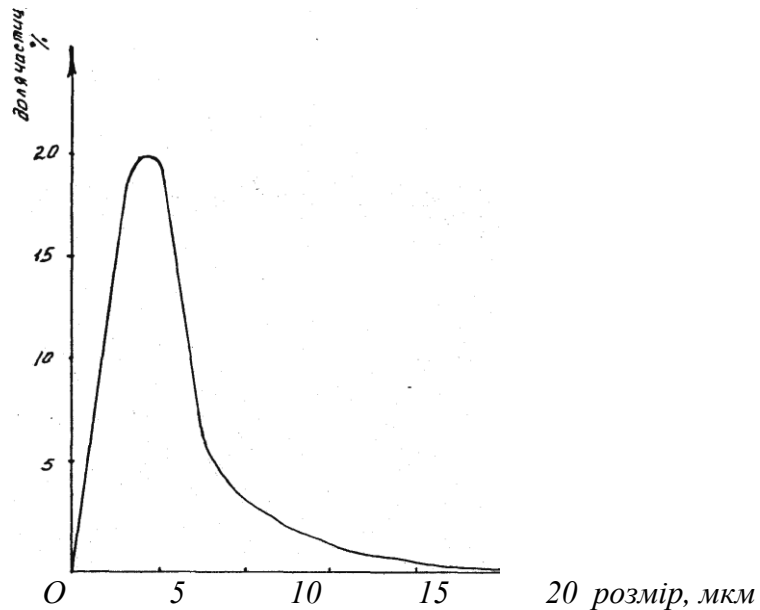


Рисунок 7.4 - Диференційна крива розподілу

### 7.2 Питання

1. Що представляє собою промисловий пил?
2. Якого розміру частки можуть бути досліджені мікроскопічним методом?
3. Яким чином необхідно підготувати пробу пилу для дослідження?
4. Що таке «диференційна крива розподілу»? Як її побудувати?
5. Який спосіб очищення повітря можна вибрати на основі результатів дослідження дисперсійного складу пилу (матеріалу)?

## РОБОТА № 8 ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ ПИЛУ В ПОВІТРІ РОБОЧОЇ ЗОНИ ВАГОВИМ МЕТОДОМ

Повітрям робочої зони називають простір, у якому перебуває робітник у процесі трудової діяльності (висота зони складає 2 м від рівня площадки).

ГДК на пил у повітрі робочої зони встановлюють, виходячи із санітарно-гігієнічних вимог, з метою забезпечення нормальних умов праці й захисту здоров'я трудящих.

Методи вимірювання концентрації пилу поділяють на дві групи:

- методи, які ґрунтуються на попередньому осадженні;
- методи без попереднього осадження.

Відомі наступні методи.

*Ваговий метод* полягає у виділенні з пилогазової суміші часток пилу й визначенні їхньої маси шляхом зважування.

*Радіоізотопний метод* оснований на використанні властивості радіоактивного випромінювання поглинатися частками пилу.

*Електростатичний метод* оснований на вимірюванні величини електричного заряду, що передається частці в області коронного заряду.

*Оптичні методи:*

а) фотометричний метод оснований на попередньому осадженні часток пилу на фільтрі і визначенні оптичної густини пилового осаду;

б) люмінесцентний метод оснований на осадженні пилу на фільтр, оброблений спеціальним флуоресціюючим розчином і наступним вимірюванням інтенсивності випромінювання флуоресценції.

*П'єзоелектричний метод* оснований на вимірюванні зміни частоти п'єзокристала при осадженні на його поверхні часток пилу.

Найбільше часто застосовується ваговий метод визначення концентрації пилу в повітрі робочої зони. Це обумовлено наступними перевагами даного методу:

- простота апаратурного оформлення;
- точність і швидкість визначення;
- легкість відбору проби.

## 8.1 Практична частина

### 8.1.1 Опис стандартної методики

При визначенні концентрації пилу в повітрі робочої зони варто звертати особливу увагу на умови відбору проби, тривалість аспірації. Для виміру максимальної разової концентрації пилу час відбору проби необхідно приймати 20 хв (відповідно до вимог стандарту), у випадку сильного забруднення повітря необхідно зменшити час аспірації. Для виміру середньодобової концентрації пробу повітря рекомендується відбирати тривалий час способом цілодобової аспірації чи переривчастим способом, тобто через рівні проміжки часу.

При відборі проб з газових потоків з високим вмістом завислих часток розраховують тривалість узяття проби:

$$\tau = a \times 1000 / (b \times Q),$$

де  $a$  - необхідна наважка пилу на фільтрі, г;

$b$  - передбачуване ГДК пилу в повітрі, мг/м<sup>3</sup>;

$Q$  - витрата повітря, дм<sup>3</sup>/хв;

$a = 1$  г, за умов  $t = 10 \dots 25^\circ\text{C}$ ,  $\varphi = 30-80\%$ .

Відбір проб проводиться при прокачуванні повітря електроаспіратором крізь спеціальні фільтри, закріплені у фільтродержателі, з визначеною швидкістю.

Повітря, проходячи через фільтри, залишає на них домішки, що містяться в ньому. Знаючи швидкість і час аспірації, визначають об'єм повітря, що пройшло крізь фільтр. Визначивши кількість домішок на фільтрах, можна визначити кількість пилу (твердих часток) в одиниці об'єму повітря.

Основним устаткуванням для проведення аналізу є електроаспіратор, фільтродержатель і фільтр з касетою.

#### 8.1.1.1 Опис і принцип дії електроаспіратора

Аспіратор рекомендований для відбору проб повітря з метою аналізу домішок, що містяться в ньому, службами санітарно-епідеміологічних станцій і лабораторій промислових підприємств.

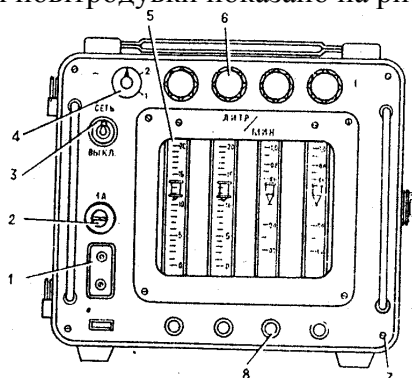
Відбір проб проводиться при пропущенні повітря крізь спеціальні фільтри з визначеною швидкістю, у результаті чого, завислі речовини, що містяться в повітрі, осідають на поверхні фільтрів.

Усі вузли аспілятора змонтовані на металевому шасі з панеллю. Шасі укладено в металевий кожух. Для захисту панелі від ушкоджень при зберіганні аспіратор обладнаний знімною кришкою.

На передній панелі аспілятора розташовані наступні вузли (рисунок 8.1): вхідна колодка 1, для приєднання до аспілятора мережного шнура; тумблер 3 вмикання і вимикання аспілятора; гніздо запобіжника 2; розвантажувальний клапан 4, для запобігання перевантаження електродвигуна при відборі проб повітря з малими швидкостями і полегшення запуску аспілятора; штуцери 8, для приєднання гумових трубок з фільтрами; ротаметри 5; ручки вентилів ротаметрів 6, для регулювання швидкості добору проб; гвинти 7, для кріплення панелі до кожуха.

На шасі укріплені наступні вузли аспілятора (рисунок 8.2): електродвигун 9, повітродувка 10 ротатійного типу, що створює негативний тиск; гумові шланги 12, для з'єднання ротаметра з повітродувкою; маслянка з мастилопроводом 11, для безупинного змащення ротора повітродувки.

Пристрій ротатійної повітродувки показано на рисунку 8.3 .



1 - вхідна колодка; 2 - гніздо запобіжника; 3-тумблер вмикання і вимикання апарата; 4 - розвантажувальний клапан; 5 - ротаметр; 6-ручка вентиля ротаметра; 7 - гвинт (для кріплення панелі до кожуха); 8 - штуцер; 9 - електродвигун; 10-повітродувка; 11 - маслянка з мастилопроводом; 12 - гумовий шланг

Рисунок 8.1 - Передня панель електроаспіратора

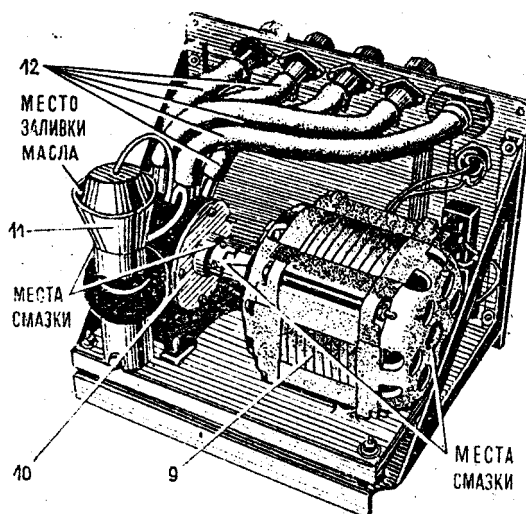
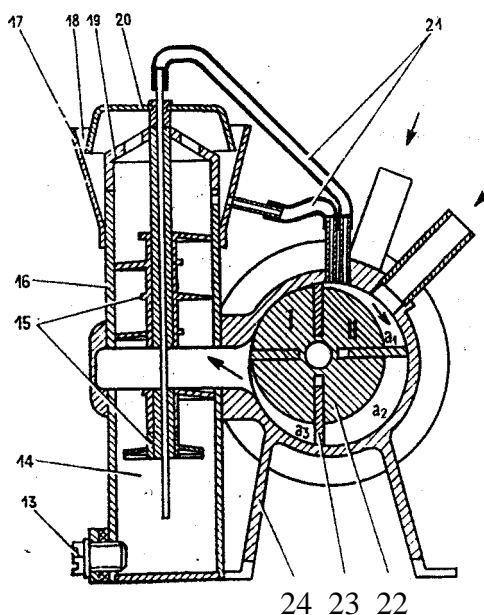


Рисунок 8.2 - Шасі електроаспіратора



13 - пробка; 14 - бачок; 15 - масловідбивач; 16 - циліндр; 17 - лійка; 18 - кільцевий зазор для заливання масла; 19 - кришка; 20 - ковпачок; 21 - трубки; 22 - ротор; 23 - лопата; 24 - корпус

Рисунок 8.3 – Схема ротаційної повітродувки

#### 8.1.1.2 Опис фільтрів

Аналітичні фільтри аерозольні (АФА) виготовляються з перхлорвінілової тканини. Фільтри мають аеродинамічний опір, що дозволяє аспірувати повітря з великою швидкістю і накопичити достатні для аналізу кількості речовини. Фільтри дозволяють проводити відбір проб повітря як при плюсових, так і при мінусових температурах.

Фільтруючі пристрої, застосовувані при зовнішній і внутрішній фільтрації, представлені в таблиці 8.1, з вказівкою умов, при яких рекомендується їхнє застосування.

Таблиця 8.1 - Фільтруючі пристрої

Фільтруючі пристрої	t газу, °C	запиленість, г/м <sup>3</sup>	пилеємкість, г
<b>Зовнішня фільтрація:</b>			
патрон з паперовою гільзою	до 105	0,01-10	1,5-8,0
тканевий фільтр	до 350	>1	50-80
тканевий фільтр + паперова гільза	до 105	-	-
циклон + тканевий фільтр	до 350	-	>80
мембранні фільтри	до 105	<0,02	до 0,1
<b>Внутрішня фільтрація:</b>			
патрон з скловолокном	до 600	0,01-10	0,5
мембранні фільтри	до 105	<0,02	до 0,1

При відборі проб фільтри кріплять у спеціальному фільтродержателі.



### 8.1.1.3 Опис фільтродержателів (алонжів)

Фільтродержатель - це пластмасовий литий розбірний виріб, призначений для кріплення фільтрів. У залежності від типу фільтрації розрізняють алонжі для зовнішньої і внутрішньої фільтрації. Загальний вид фільтродержателів приведений на рисунку 8.4.

### 8.1.2 Опис лабораторної установки

У зв'язку з відсутністю електроаспіратора у лабораторній роботі використовується установка з застосуванням барабанного газового лічильника ГСБ-400 (газового годинника). Повітря робочої зони імітується в пиловій камері.

У лабораторній роботі використовується фільтр АФА-А. Він являє собою диск зі спресованими краями, поміщений у паперовий чохол (захисні кільця). Кожен фільтр разом із захисними кільцями упакований у пакети з кальки. Зібрані в такий спосіб фільтри вкладені в окремі осередки касети з щільного паперу. На касетах є маркування, що указує вид фільтрів, дату їхнього виготовлення і питомі аеродинамічні опори фільтрів. У маркуванні фільтра перша буква після букв АФА вказує на вид аналізу ("В"-ваговий, "Х"-хімічний і ін.). Наступна буква характеризує матеріал фільтра ("А"-ацетілцелюлоза та ін.). Цифри в маркуванні вказують на площу робочої поверхні фільтра.

Схема лабораторної установки приведена на рисунку 8.5. Вона складається з спонукача витрати 1, який служить для подачі повітря в пилову камеру 2 і розпилювання зразка, що міститься в чашці 3. Забір запиленого повітря забезпечується пиловим алонжем 4, що за допомогою гумової трубки приєднаний до барабанного газового лічильника 5 і далі до спонукача витрати 6 за допомогою якого здійснюється прокачування повітря.

### 8.1.3 Апаратура і матеріали

терези АДВ-200 і ВТ-100;  
 фільтр АФА-В-10;  
 патрон для фільтра АФА-В-10;  
 спонукач витрати ПР-7;  
 пилова камера;  
 чаша з пилом;  
 алонж для забору пилу з повітря;  
 газовий лічильник ГСБ-400;  
 спонукач витрати ПР-3.

### 8.1.4 Підготовка фільтрів до відбору проб пилу

Фільтри АФА-В-10 застосовуються у вигляді комплекту, що складається з власне фільтра 1 (рисунок 8.4) і паперової касети 2, що забезпечує герметизацію фільтра в патроні. Краї фільтра спресовані. У неробочому стани фільтри зберігаються в пакетиках з паперової кальки. Зарядка касет фільтрами проводиться в лабораторних умовах. Вона ведеться в наступній послідовності:

- поміщують фільтр у корпус паперової касети;
- зважують фільтр із касетою на аналітичних вагах з точністю до 0,5 мг; результати зважування заносять у таблицю 2;
- фільтр із касетою поміщують в алонж, зверху накладають кільце-прокладку і затягують гайкою;

Після підготовки приступають до відбору проби.

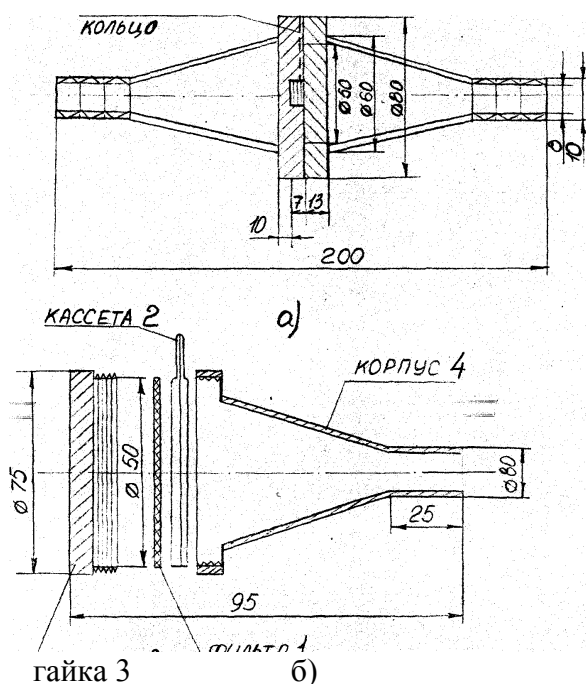


Рисунок 8.4-Фильтродержатель для внутрішньої (а) і зовнішньої (б) фільтрації

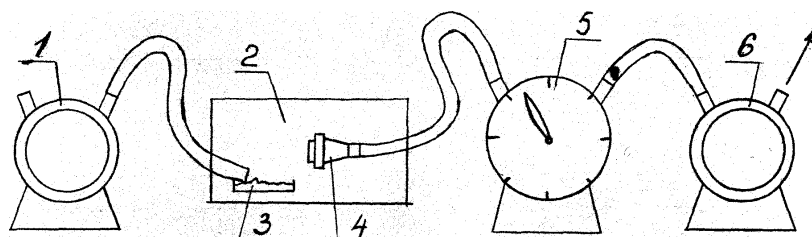


Рисунок 8.5 - Схема лабораторної установки

### 8.1.5 Відбір проб пилу

Чашку з пилом поміщають у пилову камеру. Над чашкою розташовують гумову трубку, з'єднану з спонукачем витрати. Також у пиловій камері встановлюють алонж з фільтром. Знімають показання газового годинника, термометра і барометра. Дані заносять у таблицю 8.2. Включають спонукач витрати і газовий лічильник, одночасно фіксуючи час початку досліду. Після закінчення заданого часу аспірації виключають установку і записують показання газового годинника (таблиця 8.2).

Потім зважують фільтр на тих же вагах і визначають масу фільтра з пилом і заносять данні також у таблицю 8.2.

Таблиця 8.2 - Результати розрахунків

Показники	Початок	Кінець	Результат
1.Вага фільтра, г	$m_n =$	$m_k =$	$m =$
2.Час аспірації, хв.	$\tau_n =$	$\tau_k =$	$\tau =$
3.Показання ГСБ-400, дм <sup>3</sup>	$V_n =$	$V_k =$	$V_{газу} =$
4.Температура газу, К	$T_n =$	$T_k =$	$T_{газу} =$
5.Тиск, мм рт. ст.	$P_n =$	$P_k =$	$P_{газу} =$

### 8.1.6 Обробка результатів

Розраховуємо об'єм газу при нормальних технічних умовах ( $P_{\text{нгу}}=750$  мм рт.ст.,  $T_{\text{нгу}}= 293$  К) із співвідношення:

$$\frac{P_{\text{газу(нгу)}} \cdot V_{\text{газу(нгу)}}}{T_{\text{газу(нгу)}}} = \frac{P_{\text{газу}} \cdot V_{\text{газу}}}{T_{\text{газу}}}$$

Концентрацію пилу в повітрі ( $\text{мг/м}^3$ ) обчислюють за формулою:

$$C_{\text{пилу}} = \frac{m_k - m_n}{V_{\text{газу(нгу)}}} * 10^3,$$

де  $m_n$  - маса чистого фільтра, мг;

$m_k$  - маса фільтра з пилом, мг;

$V_{\text{газу(нгу)}}$  - об'єм газу, приведений до нормальних технічних умов (н.т.у.),  $\text{дм}^3$ ;

$T$  – температура,  $T = (t+273)$  К,

$P$  – тиск, мм рт. ст.

Визначене в розрахунках значення концентрації пилу в повітрі робочої зони порівнюється з ГДК пилу робочої зони.

## 8.2 Питання

1. Що називають повітрям робочої зони ?
2. Які існують методи вимірювання концентрації пилу у повітрі ?
3. Як виконують визначають концентрацію пилу ваговим методом ?
4. Що являють собою фільтри аналітичні аерозольні ?
5. Що входить у склад лабораторної установки для визначення концентрації пилу ?
6. Як розраховують концентрацію пилу в повітрі ?

## ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. ГОСТ 26483-85 – ГОСТ 26490-85. Почвы. Определение рН солевой вытяжки, обменной кислотности, обменных катионов, содержание нитратов, обменного аммония и подвижной серы методами ЦИНАО. - М.: Изд-во стандартов, 1982. – 47 с.
2. Дмитриев М.Г., Кознина Н.И., Пинигина И.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде: Справ. издание. -М.: Химия, 1989.- 368 с.
3. Методы определения химических веществ, предельно допустимые концентрации химических веществ в почве (ПДК). - М.: Изд-во МЗ СССР, 1985. – 230 с
4. Возная Н.Ф. Химия и микробиология воды. – М.: Высш. Шк., 1979. – 333 с.
5. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод. – М.: Химия, 1974. – 335 с.
6. Руководство по химическому и технологическому анализу воды. – М.: Стройиздат, 1973. – 271 с.
7. Перегуд Е.А., Горелик Д.О. Инструментальные методы контроля загрязнения атмосферы. – Л.: Химия, 1981. – 384 с.
8. Коузов П.А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов. – Л.: Химия, 1974. – 396 с.
9. Кузнецов И.Е., Троицкая Т.М. Защита воздушного бассейна от загрязнения вредными веществами химических предприятий. – М.: Химия, 1979. – 344 с.
10. Муравьева С.И., Кознина Н.И., Прохорова Е.К. Справочник по контролю вредных веществ в воздухе. – М.: Химия, 1988. – 320 с.

## ЗМІСТ

Робота № 1	Визначення вмісту марганцю в ґрунті	4
Робота № 2	Визначення вмісту сірководню в ґрунті	6
Робота № 3	Визначення рН ґрунту за методом ЦІНАО	7
Робота № 4	Визначення вмісту алюмінію у воді	9
Робота № 5	Визначення вмісту нікелю у воді	10
Робота № 6	Визначення вміст іонів кальцію і магнію, гідрокарбонатів і карбонатів у воді	12
Робота № 7	Мікроскопічне дослідження дисперсного складу промислового пилу і подрібнених матеріалів	16
Робота № 8	Визначення концентрації пилу в повітрі робочої зони ваговим методом	21

Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з курсу „Інженерна екологія” (для студентів спеціальності 6.091606 „Хімічна технологія тугоплавких неметалевих і силікатних матеріалів”)

Укладачі:      доцент Ю.М. Білогуров  
                      доцент О.В.Булавін  
                      доцент І.Л. Жисліна  
                      доцент О.А.Трошина  
                      доцент А.Ю. Шевченко