

Документ подписан простой электронной подписью
Информация о владельце:
ФИО: Локтионова Оксана Геннадьевна
Должность: проректор по учебной работе
Дата подписания: 15.11.2022 09:29:47
Уникальный программный ключ:
0b817ca911e6668abb13a5b4260b9e3ffc11eabb75e945d14a4851fda56d089

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2017 г.



ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАПЫЛЁННОСТИ ВОЗДУХА

Методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений

Курск 2017

УДК 504

Составители: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, О.В. Дудник

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *Г.П. Тимофеев*

Исследование запылённости воздуха: методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, О.В. Дудник. Курск, 2017. 11 с. Библиогр.: с. 11.

Излагается методика количественного определения пыли в воздухе рабочей зоны весовым методом.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений.

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 27.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2017 г.



ИССЛЕДОВАНИЕ ЗАПЫЛЁННОСТИ ВОЗДУХА

Методические указания к проведению практических и лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды» для студентов всех специальностей и направлений

Курск 2017

01.2017 г. Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 0,64 Уч.-изд.л. 0,58 Тираж 30 экз. Заказ 969. Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Цель работы:

1. Ознакомиться с весовым методом определения запыленности воздуха.
2. Изучить и практически освоить лабораторную установку.
3. Оценить количественное содержание пыли в воздухе весовым методом. Дать санитарную оценку запыленности.
4. Провести оценку эффективности защиты средств органов дыхания человека.

ОБЩИЕ ПОЛОЖЕНИЯ

Многие технологические процессы в промышленности сопровождаются выделением пыли. Это процессы механической обработки хрупких материалов, дробления, просеивания, транспортировка сыпучих материалов, переработка волокнистых материалов, крашение волокон и тканей, приготовление рабочих красительных растворов, при сварке; выбросы ТЭС и др.

Пыль - это мельчайшие частицы вещества, способные длительное время находиться в воздухе или в производственных газах во взвешенном состоянии. Предельно-допустимые концентрации (ПДК) пыли в воздухе рабочей зоны установлены гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.686-98 (таблица 1).

Для определения пыли в воздухе и её состава используют различные *методы*, которые можно разделить на *две группы*:

1. ***прямые***, основанные на предварительном осаждении пылевых частиц (весовой, седиментационный, радиоизотопный, пьезоэлектрический);
2. ***косвенные***, без предварительного осаждения (оптические, механические, электрические).

Они обеспечивают определение массовой концентрации пыли на основе измерения либо перепада давления на фильтрующем материале при прокачивании через него запылённого воздуха, либо частоты (амплитуды) вибрации, возникающей в результате трения частиц пыли о стенки корпуса первичного преобразователя, либо интенсивности проникающей радиации через фильтр с пылью.

Одним из простых и широко распространенных методов является *весовой*. Сущность метода заключается во взвешивании специального фильтра до и после просасывания через него некоторого объема запыленного воздуха, с последующим определением массы осевшей пыли. Недостатком весового метода является то, что он не дает представления о качественной характеристике пыли, без которой невозможна полная гигиеническая оценка запыленности. Одно и то же весовое количество пыли может быть при наличии в воздухе небольшого числа крупных частиц и множества мелких, а с точки зрения поведения пыли в воздухе и воздействия ее на организм человека эти случаи совершенно разные.

При определении концентрации пыли весовым методом чаще всего используются фильтры АФА, изготовленные из гидрофобного высокоэффективного нетканого фильтрующего материала ФПП (фильтр перхлорвиниловый Петрянова), которые имеют следующие достоинства:

- 1) хорошие фильтрующие свойства;
- 2) высокий коэффициент улавливания за счет электростатических свойств;
- 3) небольшой собственный вес;
- 4) малое аэродинамическое сопротивление фильтров.

Таблица 1 – Предельно-допустимые концентрации пыли в воздухе рабочей зоны

Наименование вещества	Величина ПДК (мг/м ³)	Класс опасности	Особенности действия на организм
Пыль доменного шлака	6	4	Ф*
Пыль растительного и животного происхождения:			
а) с примесью диоксида кремния от 2 до 10%	4	4	А, Ф.
б) зерновая	4	3	А, Ф.
в) лубяная, хлопковая, льняная, шерстяная и др. (с примесью диоксида кремния более 10%)	2	4	А, Ф.
г) мучная, древесная и др. (с примесью диоксида кремния менее 2%)	6	4	А, Ф.

Перечень материалов, приборов и оборудования, необходимых для исследования запыленности воздуха весовым методом с помощью фильтров, приводится в таблице 2.

Таблица 2 - Перечень материалов, приборов и оборудования, необходимых для исследования запыленности воздуха весовым методом

Наименование	Тип прибора	Назначение
1. Весы аналитические	АДВ- 200 (точность измерения $\pm 0,1$ мг)	Взвешивание фильтров
2. Аллонж (фильтро-держатель)	ИРА- 10, ИРА- 20	Отбор пробы аэрозоля на фильтр
3. Электрический аспиратор	ПУ-4Э	Протягивание воздуха с определенной скоростью воздуха
4. Часы или секундомер	С секундомерной стрелкой	Определение продолжительности отбора пробы
5. Комплект фильтров	АФА- ВП-10 АФА- ВП- 20	Улавливание аэродисперсных примесей
6. Резиновый шланг	Диаметр до 10мм	Соединение аппаратуры при отборе проб
7. Барометр	БАММ	Измерение давления воздуха
8. Термометр	Со шкалой до 100°С	Измерение температуры воздуха

Буква "В" в обозначении фильтров означает, что фильтр пригоден для весового метода, цифры 10 и 20 обозначают площадь круга фильтра (см²).

При измерении концентрации пыли в атмосферном воздухе и воздухе производственных помещений с гигиенической точки зрения оптимальной является скорость отбора, равная скорости человеческого дыхания, т. е. скорость легочной вентиляции (10- 15 л/ мин). Время отбора определяется исходя из необходимого объема воздуха, который, в свою очередь, принимают в зависимости от предполагаемой концентрации пыли (табл. 3).

Таблица 3 – Зависимость концентрации пыли от объема воздуха

Предполагаемая концентрация пыли, мг/м ³	2	2-10	10-50	>50
Объем отбираемого воздуха, л	1000	500	250	100

Определение концентрации пыли весовым методом состоит из 4-х этапов:

- 1) подготовка аппаратуры и фильтров;
- 2) отбор пробы воздуха;
- 3) определение изменения массы фильтров;
- 4) расчет концентрации пыли.

ОПИСАНИЕ ЛАБОРАТОРНОЙ УСТАНОВКИ

Лабораторная установка, предназначенная для определения запыленности, представлена на рис.1. Установка состоит из камеры 1, имитирующей производственное помещение и аспиратора 10. В камере на решётке 4 находится порция пыли 5, которая с помощью вентилятора 2 и воздуховода 3 поднимается в воздух. К боковой части камеры прикреплен аллонж 8 для установки фильтров. Аллонж соединяется с аспиратором 10 с помощью резиновой трубки 9. К аллонжу с внутренней стороны камеры крепят респираторы 6 для оценки эффективности защиты органов дыхания.

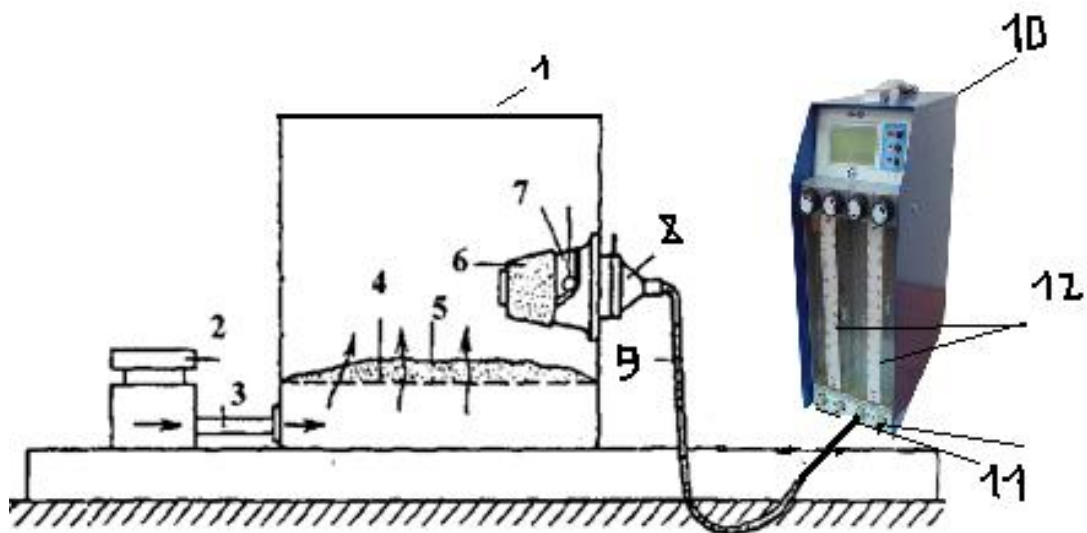


Рисунок 1 - Схема лабораторной установки для исследования запыленности воздуха

1 - корпус пылевой камеры; 2 - вентилятор; 3 - воздуховод; 4 - решетка; 5 - порция пыли; 6 - респиратор; 7 - конусная оправа; 8, - аллонж для установки аэрозольных фильтров; 9 - резиновая трубка; 10 - аспиратор ПУ-4Э; 11 - краны; 12 - ротаметры.

Воздушная камера представляет собой прямоугольную емкость размером 250 x300x450 мм или 0,34 м³. Для автоматического отбора проб воздуха, паров и аэрозолей (в рабочей зоне, атмосфере и промышленных выбросах) для проведения санитарного и экологического контроля используется аспиратор типа ПУ-4Э.

Он состоит из воздушного насоса с электродвигателем и четырёх ротаметров (рис.2), представляющих собой стеклянные трубки с поплавками. Проходя через ротаметр, воздух поднимает поплавок тем выше, чем больше скорость и расход воздуха. Резиновую трубку от аллонжа с фильтром, кото-

рый находится в держателе, присоединяют к штуцерам. На панели аспиратора находятся краны для регулировки скорости отбора проб. Отчёт показаний ведут по верхнему краю поплавка.

Аспиратор ПУ-4Э обеспечивает отбор проб с заданным объемным расходом через поглотитель по 4-м параллельным каналам. (1,2 канал от 0,2 до 2 л/мин, 3,4 каналы от 2 до 20 л/мин). Отобранные пробы анализируются в лабораторных условиях с применением стандартных методик.

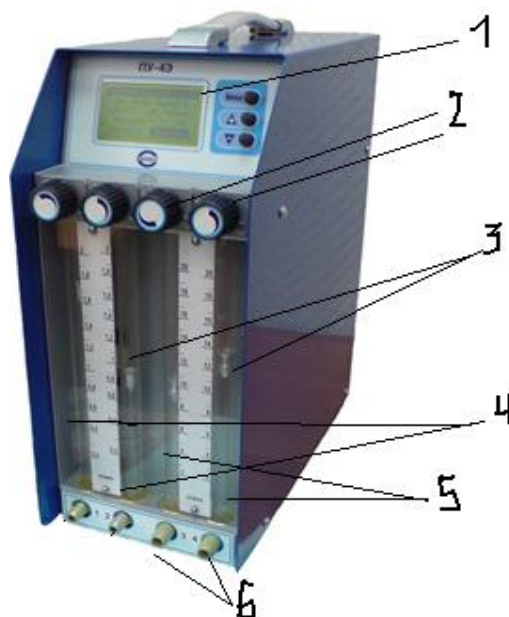


Рисунок 2 – Аспиратор ПУ-4Э

1 - табло; 2 - запорные вентили ротаметров; 3 - поплавков ротаметра; 4 - ротаметры для отбора проб воздуха на загазованность; 5 - ротаметры для отбора проб воздуха на запыленность; 6 -выходные штуцеры ротаметров.

Технические характеристики

- диапазоны расхода: от 0,2 до 2,0 л/мин (по 1 и 2 каналам); от 2,0 до 20,0 л/мин (по 3 и 4 каналам);
- погрешность задания расхода: +/- 5 %;
- сопротивление поглотителя от 0 до 5 кПа;

- время отбора пробы от 1 до 99 мин (имеется таймер среднесуточного отбора, индикаторные показания температуры воздуха, атм. давления, влажности);
- питание от сети переменного тока напряжением 220 В частотой 50 Гц или от внешнего аккумулятора напряжением 12 В.

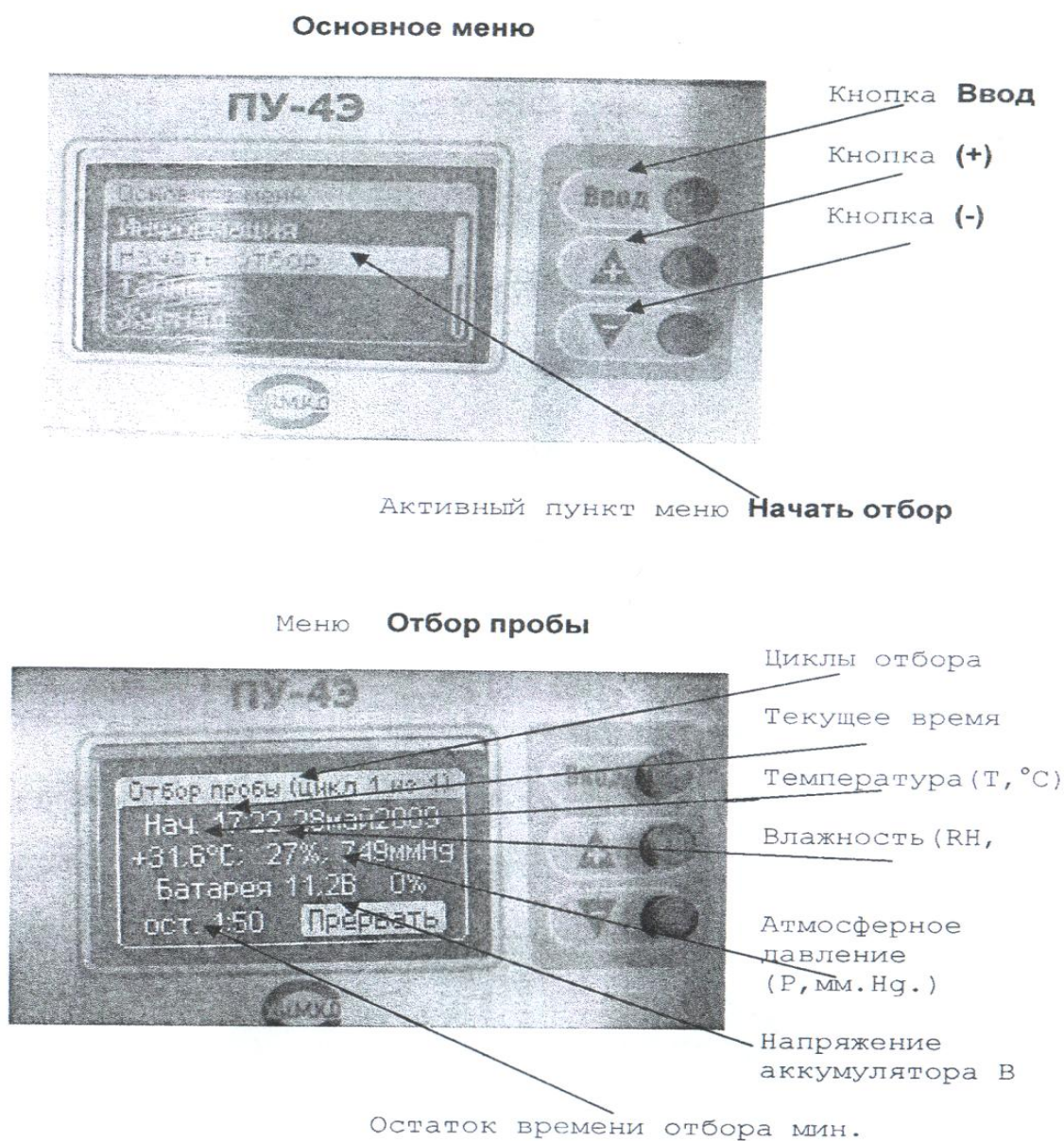


Рисунок 3 – Вид ЖК-индикатора ПУ-4Э

Условия эксплуатации

- ✓ температура окружающей среды от 263 до 313 К (от минус 10 до 40°C);

- ✓ относительная влажность до 98 % при температуре 25 °С;
- ✓ атмосферное давление от 84 до 106,7 кПа (от 630 до 800 мм рт. ст.).

Достоинства аспиратора

1. металлический корпус, защищенные ротаметры, большой ЖК-индикатор таймера;
2. метрологическое обеспечение - устройство включено в Государственный реестр РФ;
3. удобство в эксплуатации;
4. взаимная независимость расходов по каналам;
5. разборные ротаметры, упрощающие обслуживание

ЗАДАНИЕ

Создать в камере определенную запыленность и весовым методом определить содержание пыли в помещении заданного объема. Сравнить полученные результаты с ПДК в соответствии с гигиеническими нормативами ГН 2.2.5.686-98 (табл. 1).

Порядок выполнения работы

1. Собрать лабораторную установку: штуцер аспиратора подсоединяют с помощью резиновой трубки с аллонжем экспериментальной камеры. Включить в розетку аспиратор и вентилятор.
2. Взвесить на аналитических весах чистый фильтр. Для этого его помещают в держатель. Фильтр брать и перемещать только пинцетом, не касаясь его руками. Вставить фильтр с держателем в аллонж.
3. Включить вентилятор пылевой камеры и добиться равномерного распределения пыли по камере.
4. Включить аспиратор и одновременно секундомер. Вентилем отрегулировать скорость просасывания воздуха (10- 15 л/мин. по указанию преподавателя).

5. Проводить забор пробы воздуха в течение 10-15 минут (по указанию преподавателя). Снять аллонж, вынуть из него фильтр с держателем, не встряхивая и не переворачивая, вторично взвесить на весах.

6. Рассчитать концентрацию пыли в камере в реальных условиях, (мг/м³):

$$C_0 = \frac{(m_2 - m_1) \times 1000}{V \times T} \quad (1)$$

где m_1 и m_2 - масса фильтра с фоновым значением пыли и экспериментальным значением, мг; v - скорость просасывания воздуха, л/мин; T - время просасывания воздуха через фильтр, мин.

7. Результат измерения привести к нормальным условиям:

$$C = C_0 \times \frac{273+t}{293} \times \frac{101,3}{p} \quad (2)$$

где t - температура воздуха в камере, С; p — атмосферное давление в камере, кПа, (при нормальных условиях 101,3 кПа).

8. Результаты эксперимента занести в таблицу 4.

9. Сравнить полученное значение концентрации на данный вид пыли с ГН 2.2.5.686-98, сделать вывод.

Таблица 4 – Результаты выполненного эксперимента и его обработки

m_1 , мг	m_2 , мг	$m_2 - m_1$, мг	V , л/мин	T , мин	t , °С	P , кПа	C_0 , мг/м ³	C , мг/м ³

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Определение пыли.
2. Методы определения запылённости воздушной среды.
3. Состав лабораторной установки.
4. Сущность весового метода.

5. Достоинства фильтра АФА.
6. Приборы, необходимые для определения концентрации пыли в воздухе.
7. Принцип работы aspirатора.
8. Приведение газа к нормальным условиям.

СПИСОК ИСПОЛЬЗОВАННЫХ ИСТОЧНИКОВ

1. ГОСТ 12.1.005-88. Межгосударственный стандарт. Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны" (утв. и введен в действие Постановлением Госстандарта СССР от 29.09.1988 N 3388) (ред. от 20.06.2000).
2. Поправка к ГОСТ 12.1.005-88* "Система стандартов безопасности труда. Общие санитарно-гигиенические требования к воздуху рабочей зоны.
3. Кривошеин Д.А. Системы защиты среды обитания: учебное пособие / В.П. Дмитренко, Н.В Федотова. – М.: Академия, 2014. В 2 т. Т. 1. - 352 с.
4. Швыдкий В.С. Теоретические основы очистки газов. М.: Теплотехник, 2004. - 502 с.
5. Техника и технология защиты воздушной среды: Учебное пособие для вузов / В.В. Юшин, В.М. Попов, П.П.Кукин и др. – М.: Высшая школа, 2008. – 391 с.
6. Тимонин А.С. Основы конструирования и расчета технологического и природоохранного оборудования. Справочник. Калуга, Изд-во Н.Бочкаревой:, 2003.
7. Алиев Г. Техника пылегазоулавливания: справочник. – М.: Metallургия, 1988.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

проректор по учебной работе

Е.А. Кудряшов Е.А. Кудряшов

2012 г.



Количественное определение цианистого водорода в объектах окружающей среды

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Количественное определение цианистого водорода в объектах окружающей среды: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 9 с. Библиогр.: с. 8.

Излагается методика количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,52. Уч.-изд.л. 0,47. Тираж 50 экз. Заказ 825 . Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды, применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения цианистого водорода в объектах окружающей среды
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС

1. Общие сведения

1.1. Физические свойства цианистого водорода

Цианистый водород $\text{H-C}\equiv\text{N}$ - бесцветный газ, с запахом горького миндаля, переходящий в жидкость ниже 26°C . Запах опознается при концентрации 0,002 - 0,005 мг/л. Температура кипения - 26°C , температура плавления $13,4^\circ\text{C}$. Смешивается с водой, этиловым спиртом и эфиром во всех отношениях. Смеси паров с воздухом, содержащие 6-40% HCN взрывоопасны; по силе взрыва превосходит тротил.

1.2. Химические свойства цианистого водорода

Цианистый водород - очень слабая кислота, вытесняется из солей фенолом, борной кислотой и CO_2 . В присутствии аммиака, следов щелочей цианистый водород темнеет, что связано с образованием продуктов полимеризации. При кипячении водных растворов (а также в щелочной среде) идет гидролиз цианистого водорода с образованием формиата аммония. Образует комплексные соединения. Из них важна так называемая «твердая синильная кислота» $\text{Ca}(\text{CN})_2 \cdot 2\text{HCN}$, применяемая для борьбы с вредителями сельского хозяйства; на воздухе она разлагается в течение 1 минуты на 100% с отщеплением HCN .

1.3. Токсикологические характеристики

Токсическое действие заключается в блокировании железосодержащих ферментов, катализирующих некоторые окислительные процессы. Поражение организма происходит при

вдыхании паров, при попадании цианистого водорода с водой и продуктами питания, путем резорбции через кожу. Начальные симптомы - металлический привкус во рту, головокружение, нарушение координации движений, тошнота, рвота; при тяжелых поражениях - судороги с потерей сознания, аритмия сердца, паралич дыхания. ПДК в воздушной среде=0,1 мг/м³. ПДК м. р.=0,1 мг/м³.

2. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения цианистого водорода в объектах окружающей среды при проведении оценки экологической безопасности окружающей среды, а также в процессе уничтожения токсических нитрилов и цианидов

3. Требования к технике безопасности

При проведении лабораторных работ, связанных с пробоотбором, пробоподготовкой и анализом исследуемых растворов, студенты обязаны строго руководствоваться требованиями инструкций по соблюдению мер техники безопасности при работе с вредными и токсическими веществами промышленности.

4. Принцип метода

Принцип метода основан на взаимодействии цианистого водорода с рабочими реагентами на основе реакции нуклеофильного взаимодействия с пероксида водорода с ароматическими аминами в щелочной среде с образованием окрашенных продуктов реакции.

5. Применяемые реактивы и растворители

1. 0,1 N натриевая щелочь.
2. Перекись водорода 30%.
3. О-толидин 2%.
4. Ацетон.
5. Дистиллированная вода. Этиловый спирт.

6. Применяемая посуда и средства измерения

1. Мерные колбы на 1000 и 5.00 мл. ГОСТ 103942.
2. Колбы плоскодонные на 100 мл, ГОСТ 11395.
3. Пипетки на 1,2,5 мл.
4. Мерные цилиндры на 100 и 500 мл, ГОСТ 1770.
5. Весы лабораторные технические типа ВЛР-200.

6. Пробирки, ГОСТ 10515.
7. Аспиратор модели типа 822.
8. Спектрофотометр «Spekol-220» или прибор, его замещающий.

7. Основные метрологические характеристики

Данная методика имеет следующие основные метрологические характеристики:

- чувствительность определения синильной кислоты составляет 2×10^{-4} мг/мл;
- диапазон определяемых концентраций синильной кислоты составляет от 2×10^{-4} до 2×10^{-2} мг/мл;
- точность и воспроизводимость метода характеризуется величиной относительного стандартного отклонения в диапазоне определяемых концентраций не превышающей $Sr=0,2$;
- полнота выхода красителя достигается через 40 мин;
- стойкость окраски составляет не менее 12 ч.

8. Приготовление стандартных растворов и построение градировочного графика

Исходный раствор цианистого водорода с концентрацией 1 мг/мл разбавляют этиловым спиртом и получают серии стандартных растворов с концентрациями 2×10^{-4} ; 1×10^{-3} ; 2×10^{-3} ; 5×10^{-3} ; 1×10^{-2} ; 2×10^{-2} мг/мл. Одновременно готовят холостые пробы по 3-4 параллельным изменениям. В полученные стандартные растворы прибавляют по 0,1 мл о-толидина (раствор №1) и по 0,2 мл смеси H_2O_2+NaOH в отношении 1:2 (раствор №2), пробы встряхивают и промеряют через 40-50 минут на длине волны 430 ± 5 нм. Среднее значение оптической плотности «холостой пробы» вычитают из общего значения оптической плотности промеряемого стандарт. По результатам промера стандартных растворов строят градировочную зависимость оптической плотности (D) от концентрации стандартного раствора (C).

9. Ход анализа

К экстракту анализируемой пробы объемом 5 мл добавляем 0,1 мл рабочего раствора и 0,2 мл раствора №2. После этого растворы встряхивают и через 40-50 минут проводят фотометрирование на длине волны $\lambda=430 \pm 5$ нм. Пробу, оптическая плотность которой выше максимального стандарта разбавляют этиловым спиртом и

проводят повторное определение. Измерение оптической плотности проводят за вычетом оптической плотности «холостой» пробы.

10 Расчёт результатов анализа и объектах окружающей среды

Количество цианистого водорода в исследуемой пробе воздуха определяют по формуле

$$C = C_0 \cdot P \cdot V / U \quad (1)$$

где C_0 – концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём анализированной пробы, мл;

U - объём аспирируемого воздуха, л.

Количество цианистого водорода в исследуемой пробе воды определяют по формуле:

$$C = C_0 \cdot P \cdot V \cdot 1000, \quad (2)$$

где C_0 - концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём пробы, мл;

1000 - коэффициент пересчета в размерность на литр воды.

Количество цианистого водорода в исследуемой поверхности грунта определяют по формуле:

$$C = C_0 \cdot P \cdot V \cdot S, \quad (3)$$

где C_0 - концентрация цианистого водорода, найденная по градуировочному графику, мг/мл;

P - кратность разбавления пробы;

V - объём анализируемой Пробы (экстракта грунта), мл;

S - контролируемая поверхность, м².

Полученные результаты анализа сравнивают с предельно-допустимыми нормами для цианистого водорода в объектах окружающей среды.

11. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства цианистого водорода.
2. Токсические свойства цианистого водорода.
3. Предельно-допустимые концентрации HCN.
4. Принцип спектрофотометрического метода определения цианистого водорода.
5. Формулы расчета концентрации HCN в исследуемых пробах.
6. Порядок приготовления стандартных растворов.
7. Понятие «холостой пробы».
8. Метрологические характеристики методики.

12. Контрольные задания

Определить значение концентраций цианистого водорода в исследуемой пробе воздуха:

1. Объём анализируемого воздуха 150 л.
2. Объём анализируемой пробы 10 мл.
3. Значение оптической плотности исследуемых растворов $D=0,05-3,0$.
4. Величина оптической плотности «холостой пробы» $D_{хол}=0,005$.
5. Время экспозиции $t=1-30$ мин.
6. Значения оптической плотности стандартных растворов цианистого водорода и основные метрологические характеристики метода приведены в Приложении 1.
10. Толщина кюветы 10-50 мм.

13. Содержание отчёта

- Название лабораторной работы и ей цель.
- Расчётные формулы.
- Экспериментальные данные по определению цианистого водорода в исследуемых пробах.
- Результаты по решению контрольной задачи (из условий задания п. 12)
- Выводы.

Библиографический список

1. Дмитриев М. Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник. М : Химия, 1989, 264 с.
2. Методические указания по определению вредных веществ в воздухе, Минздрав РФ 2000, 253 с.
3. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трех томах. Т.3. Неорганические и элементоорганические соединения. Пол ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977. .
4. Лейте В. Определение загрязнений воздуха в атмосфере и на рабочем месте: Пер. с нем. - Л.: Химия. . - 340 с.
5. Перегуд К.А., Горелик Д.О. Инструментальные методы контроля загрязнения атмосферы. - Л.: Химия, 1981.-381 с.
6. АС кл. С G01N 21/78 Маханьков Ю.Д. Способ количественного определения цианистого водорода, 1986 г

Приложение

Значения оптической плотности стандартных растворов цианистого водорода ($n=10$, $P=0,95$, $D_{хол} = 0,005$, $\lambda_{max}=430$ нм, $l=10$ мм)


	Концентрация стандартных растворов, мг/мл						
	Оптическая плотность D						
	2×10^{-4}	1×10^{-3}	2×10^{-3}	5×10^{-3}	1×10^{-2}	2×10^{-2}	5×10^{-2}
1	0,002	0,054	0,120	0,290	0,530	0,903	>2
2	0,001	0,060	0,122	0,270	0,500	0,875	>2
3	0,002	0,055	0,1214	0,282	0,4852	0,952	>2
4	0,002	0,070	0,131	0,271	0,544	0,874	>2
5	0,002	0,055	0,132	0,284	0,520	0,902	>2
6	0,001	0,060	0,119	0,290	0,490	0,872	>2
7	0,002	0,055	0,120	0,280	0,502	0,942	>2
8	0,001	0,064	0,122	0,292	0,490	0,944	>2
9	0,001	0,065	0,124	0,274	0,482	0,902	>2
10	0,002	0,070	0,130	0,280	0,484	0,872	>2
D	0,015	0,040	0,060	0,283	0,491	0,905	>2
S _r	0,146	0,117	0,091	0,073	0,068	0,037	
$\pm \varepsilon$	0,008	0,004	0,006	0,020	0,040	0,050	

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ
Первый проректор
проректор по учебной работе
Е.А. Кудряшов
«6» сентября 2012 г.



Измерение массовой концентрации нефтепродуктов в природных и сточных водах методом ИК - спектрометрии

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Измерение массовой концентрации нефтепродуктов в природных и сточных водах методом ИК - спектрометрии: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 12 с.: табл. 2. Библиогр.: с. 12.

Излагается методика количественного определения нефтепродуктов в природных и сточных водах в ИК - области спектра.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.
Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд.л. 0,63. Тираж 50 экз. Заказ 826 . Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику измерения массовой концентрации нефтепродуктов в пробах сточных вод методом ИК-спектроскопии на приборах применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения массовой концентрации нефтепродуктов в воде в ИК-области спектра.
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС.

1. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения нефтепродуктов в природной и сточной воде при проведении оценки экологической безопасности исследуемых проб объектов окружающей среды.

2. Основные метрологические характеристики

2.1. Нормы погрешности измерений

Нормы погрешности измерений в диапазоне концентраций нефтепродуктов от 0,05 до 50 мг/л устанавливаются согласно ГОСТ 27384. Общая погрешность при определении содержания нефтепродуктов в сточных водах не должна превышать для указанных диапазонов концентраций следующих величин:

- до 0,1 мг/дм³ - 30%;
- от 0,1 до 0,5 мг/дм³ - 25%;
- от 0,5 до 50 мг/дм³ - 20%.

2.2. Характеристики погрешности измерений

Данная методика обеспечивает получение результатов анализа с погрешностями, не превышающими значений, рассчитанных по соотношениям, приведенным в таблице 1.

Таблица 1. Характеристики погрешностей результатов анализа

Диапазон анализируемых содержаний, мг/л	Наименование метрологической характеристики			
	Характеристика погрешности Δ , мг/л ($P=0,95$)	Норматив оперативного контроля погрешности, Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)	Норматив оперативного контроля воспроизводимости Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)	Норматив оперативного контроля сходимости Δ , мг/л ($P=0,95, m=5$)
от 0,05 до 0,10	0,68X	0,86X	0,75X	0,61X
св. 0,10 до 1,00	0,47X	0,68X	0,53X	0,45X
св. 1,0 до 25,0	0,24X	0,34X	0,26X	0,19X
св. 25	0,1 ох	0,14X	0,1 IX	0,08X

3. Принцип метода

Принцип метода заключается в экстракции эмульгированных и растворенных нефтепродуктов из воды четыреххлористым углеродом с последующим отделением данных веществ от сопутствующих соединений на сорбционной колонке, заполненной оксидом алюминия, и определении массовой концентрации исследуемых органических веществ в ИК-области спектра.

4. Средства измерений, вспомогательное оборудование, реактивы и материалы

4.1. Средства измерений и вспомогательное оборудование

1. Анализатор нефтепродуктов типа АН-1 или КН-1.
2. Весы лабораторные общего назначения, 2 кл. точности, ГОСТ 24104.
3. Печь муфельная любого типа, позволяющая получать и поддерживать температуру 800-850° С.
4. Сушильный шкаф с терморегулятором и термометром до 200° С ГОСТ 215.

4.2. Посуда

1. Цилиндры мерные 2-50, 2-100, ГОСТ 1770.
2. Колбы мерные 2-250-2; 2-25-2, ГОСТ 1770.
3. Пипетки 4(5)-2-2; 6(7)-2-5; 6(7)-2-10; 2-2-25; ГОСТ 20292
4. Бюксы, ГОСТ 7148.
5. Стаканчики для взвешивания, СВ ГОСТ 25336.

6. Колонка хроматографическая с внутренним диаметром 10 мм (прилагается к прибору).

7. Бутыли из стекла с притертыми пробками вместимостью 500, 1000, 2000 см³ для отбора и хранения проб.

4.3. Реактивы и материалы

1. Оксид алюминия, ч.д.а. II степень активности, ТУ 6-09-426. Перед употреблением прокаливают в муфельной печи при 600°C в течение 4 ч, после чего добавляют к прокаленному оксиду дистиллированную воду (3% масс) и выдерживают в течение суток при комнатной температуре.

2. Углерод четыреххлористый ГОСТ 20288 х.ч. или ч.д.а. Проверку спектральной чистоты CCl₄ проводят на спектрометре типа АН-1 (КН-1), выставив нулевое показание по пустой кювете. Затем заливают в кювету CCl₄. Если показания превышают "10", то его очищают перегонкой или пропускают через регенератор.

3. Кислота серная, ГОСТ 4204-77, разбавленная 1:10.

4. Натрий серноокислый, безводный ГОСТ 4166-76, х. ч; ч.д.а.

Перед использованием реактив прокаливают при 110°C в течение 3 ч.

5. Кислота азотная, ГОСТ 4461.

6. Калий двуххромовокислый, ГОСТ 4220, х.ч. или ч.д.а.

7. Стандартные образцы состава

- бензол, х.ч.;
- н-гексадекан, х.ч. ;
- изоактан, х.ч.

8. Вода дистиллированная, ГОСТ 6709.

9. Волокно стеклянное, ГОСТ 10727.

5. Условия безопасного проведения работы

5.1. При выполнении анализов необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами ГОСТ 12.4.021.

5.2. Электробезопасность при работе с электроустановками, ГОСТ 12.1.019

5.3. Помещение лаборатории должно соответствовать требованиям пожарной безопасности по ГОСТ 12.1.004 иметь средства

пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории согласно ГОСТ 15150 должны быть соблюдены следующие условия:

- температура окружающего воздуха $(20 \pm 3)^\circ \text{C}$;
- атмосферное давление $84,0 \div 106,7$ кПа ($630 \div 800$ мм.рт.ст);
- относительная влажность $(80 \pm 5)\%$;
- напряжение сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

7. Подготовка к выполнению измерений

Бутыли для отбора и хранения проб, посуду для анализа моют раствором хромовой смеси и промывают дистиллированной водой.

Посуда для определения нефтепродуктов проверяется на чистоту, для чего сухую посуду ополаскивают четыреххлористым углеродом (не менее 5 мл), сливают его в кювету прибора типа АН-1 (КН-1), при этом показания должны быть близки к значениям; полученным при проверке четыреххлористого углерода. Если показание прибора превышает это значение, то операцию ополаскивания повторяют до получения желаемого результата.

Отбор проб производится в соответствии ГОСТ 17.1.4.01.

Объем отобранной пробы в зависимости от содержания нефтепродуктов в воде должен соответствовать значениям, указанным в таблице 2.

Таблица 2. Объемы отобранных проб

Содержание нефтепродуктов, мг\дм ³	Объем пробы, дм ³	Посуда
от 0,05 до 1,0	2,0 + 0,2	стеклянная посуда
1,0 до 5,0	1,0 + 0,1	с притертой
5,0 до 10	0,5 + 0,005	пробкой

Экстракцию нефтепродуктов из воды проводят в день отбора пробы (при невозможности проведения экстракции в течение этого срока пробу консервируют добавлением смеси серной кислоты и четыреххлористого углерода из расчета 2 см³ концентрированной кислоты и 10 см³ четыреххлористого углерода на 1 л пробы).

8. Приготовление градуировочных растворов трехкомпонентной смеси (ТКС) в четыреххлористом углероде.

В мерную колбу вместимостью 23 см^3 отбирают пипеткой $2,7 \text{ см}^3$ изооктана, $2,4 \text{ см}^3$ гексадекана и $1,4 \text{ см}^3$ бензола. Колбу закрывают пришлифованной пробкой и перемешивают.

Приготовленный раствор ТКС отвечает следующему составу:

- изооктан - 37,3% масс.;
- гексадекан - 37,5% масс.;
- бензол - 25% масс.

Далее навеску ТКС массой $0,25 \text{ г}$, взвешенную в стаканчике, переносят в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , обмывают стаканчик 4-5 раз порциями (по 5 см^3) четыреххлористого углерода, доливают четыреххлористого углерода до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в стеклянной ёмкости с притертой пробкой (срок хранения раствора 6 месяцев).

После этого с помощью пипетки объемом 25 см^3 отбирают аликвоту раствора (концентрация ТКС $1,00 \text{ г/дм}^3$), помещают ее в мерную колбу вместимостью 250 см^3 , доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают. Раствор хранят в стеклянной емкости с притертой пробкой (срок хранения раствора 1 месяц).

Для установления и контроля градуировочной характеристики исходный четыреххлористый углерод заливают в кювету с длиной поглощающего слоя 40 мм , устанавливают в кюветный отсек и выставляют нулевое показание. Затем заливают в кювету градуировочный раствор с концентрацией 100 мг/дм^3 и выставляют показание "100". Записывают показание при отсутствии кюветы в кюветном отсеке. Это показание является контрольным для проверки и установки нуля.

С целью подготовки хроматографической колонки в ее нижнюю часть помещают слой стекловолокна или ваты (приблизительно 1 см), предварительно промытых в четыреххлористом углероде и высушенных. В колонку засыпают 6 г оксида алюминия и вновь помещают слой стекловолокна ($0,5 \text{ см}$). Оксид алюминия в колонке необходимо использовать однократно.

9. Выполнение измерений

В сосуд с пробой воды (см. таблицу 2) приливают разбавленную

серную кислоту из расчета 2 см³ кислоты на 100 см³ пробы и переносят пробу в экстрактор. Если проба воды была предварительно законсервирована, серную кислоту не добавляют. Сосуд, в котором находилась проба, ополаскивают 10 см³ четыреххлористого углерода и добавляют этот растворитель в экстрактор. Прибавляют еще 20 см³ ССl₄ в экстрактор (если проба была законсервирована ССl₄, то добавляют его столько, чтобы общее количество ССl₄ было 30 см³) и включают экстрактор на 4 мин, отстаивают эмульсию в течение 10 мин. После расслоения эмульсии нижний слой сливают в цилиндр вместимостью 100 см³. Экстракт сушат безводным сульфатом натрия в течение 30 мин (не менее: 5 г сульфата натрия на 30 см³ экстракта до его осветления). После чего экстракт осторожно сливают в цилиндр вместимостью 50 мл.

Затем анализируемую воду переливают из экстрактора в мерный цилиндр или мензурку соответствующей вместимости и фиксируют объем воды.

В подготовленную колонку наливают 8 см³ четыреххлористого углерода для смачивания. Как только четыреххлористый углерод впитается в оксид алюминия, выливают экстракт тремя порциями приблизительно по 10 см³. Необходимо следить, чтобы уровень жидкости не опускался ниже слоя оксида алюминия. После прохождения пробы в колонку вливают дополнительно 5 см³ четыреххлористого углерода, которым предварительно ополаскивают стенки цилиндра. Элюат собирают в цилиндр вместимостью 50 см³, причем первые 4 см³ элюата отбрасывают. Измеряют объем элюата. Элюат заливают в кювету и устанавливают в прибор типа АН-1 (КН-1). Фиксируют показания прибора, соответствующие количеству нефтепродуктов в 1 см³ элюата. Расчет данной концентрации осуществляется по программе для стандартных концентраций нефтепродуктов при разработке прописи методики.

10. Обработка результатов измерений

Концентрацию нефтепродуктов в воде вычисляют по формуле:

$$C_x = C_{\text{изм}} \cdot V \cdot K \cdot 1000 / V, \text{ мг/дм}^3 \text{ (мг/л)}, \quad (1)$$

где $C_{\text{изм}}$ – содержание нефтепродуктов в элюате, измеренное на приборе, мг/дм³ (мг/мл); V – объем экстракта, пошедшего на анализ, см³ (мл); V – объем пробы воды, взятой для определения, см³ (мл); K – кратность разбавления пробы; 1000 – коэффициент пересчета в размерность, дм³ (л).

11. Контроль точности измерений

11.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются пробы сточных вод, взятые в точках контроля исследуемой воды. Объем отобранной для контроля пробы должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая два результата анализа в разных условиях проведения анализа, т.е. используют разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов, в работе участвуют 2 студента.

Два результата анализа не должны отличаться друг от друга на величину допускаемых расхождений между результатами анализа:

$$(X_1 - X_2) < D, \quad (2)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы; X_2 - результат анализа этой же пробы, полученной в другой лаборатории или этой же, но другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов; D - норматив оперативного контроля воспроизводимости (допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы).

Допускаемые расхождения между результатами 2-х анализов приведены в таблице 1 .

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива D выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам анализа, и устраняют их.

11.2. Оперативный контроль погрешности

Образцами для контроля являются реальные пробы сточных вод, взятые в точках контроля исследуемых вод. Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике. Отобранный объем делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики и получают результат анализа исходной рабочей пробы – X_1 , вторую разбавляют дистиллированной водой в два раза и снова делят на две равные части,

первую из которых анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, - X_2 , а во вторую часть делают добавку известного количества определяемого компонента нефтепродуктов C и анализируют в точном соответствии с прописью методики, получая результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой - X_3 (результаты анализа исходной рабочей пробы X_1 , рабочей пробы, разбавленной в два раза, X_2 , и рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой X_3 , получают, по возможности, в одинаковых условиях, т.е. их получает аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.).

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия [3-7]:

$$(X_3 - X_2 - C) + (2 \cdot X_2 - X_1) < K, \quad (3)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы; X_2 - результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза; X_3 - результат анализа рабочей пробы, разбавленной в два раза, с добавкой определяемого компонента; C - величина добавки определяемого компонента; K - норматив оперативного контроля погрешности. Значения K приведены в таблице 1.

При смене партий реактивов проведение оперативного контроля погрешности обязательно.

При превышении норматива оперативного контроля погрешности анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива K выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля и устраняют их, то есть выявляют источники систематической и случайной составляющих погрешности анализа.

12. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства нефтепродуктов.
2. Токсикологические свойства нефтепродуктов.
3. Предельно-допустимые концентрации нефтепродуктов в природной и сточной воде.
4. Принцип спектральных методов анализа.
5. Характеристика анализа в ИК-области спектра.
6. Принцип работы ИК-спектрометра.
7. Понятие чувствительности в ИК-области спектра.

8. Формула расчета концентрации нефтепродуктов в пробе воды.
9. Основные метрологические характеристики метода.
10. Порядок построения градуировочного графика.
11. Порядок приготовления стандартных растворов.
12. Понятие «холостой» пробы.
13. Основные составляющие суммарной погрешности анализа.
14. Формы оперативного контроля достоверности результатов анализа.

13. Контрольные задания

1. Объем анализируемой воды 1-10 л.
2. Концентрация нефтепродуктов в исследуемой воде 5-500 мг/л.
3. Кратность разбавления пробы 1-10 раз.
3. Сточные воды без предварительной очистки.
4. Значение ПДК по нефтепродуктам 1÷50.
5. Природная вода содержит примеси, мешающие определению на характеристических полосах спектра в ИК-области.
6. ИК-спектрометр АН-1 имеет погрешность измерения на пределе чувствительности более 80%.
7. Прибор АН-1 имеет процессор и программное обеспечение для построения калибровочного графика и расчета концентрации нефтепродуктов в пробе.

14. Содержание отчета

1. Название лабораторной работы и ее цель.
2. Расчетные формулы.
3. Экспериментальные данные по определению нефтепродуктов в исследуемых пробах воды.
4. Результаты по решению контрольной задачи (из условий задания п. 13).
5. Выводы.

Форма записи результатов лабораторного анализа приведены в Приложении.

Библиографический список

1. Дмитриев М.Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник, М.: Химия, 1989, 264 с.
2. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трёх томах. Том 3. Неорганические и элементоорганические соединения. Под ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977.
3. ГОСТ Р 8.563: ГСИ. Методики выполнения измерений. - М.: Изд-во стандартов, 1997, 26 с.
4. ГОСТ 8.011: ГСИ. Показатели точности измерения и формы представления результатов измерения. - М.: Изд-во стандартов, 1972, 22 с.
5. Термины, определения и обозначения метрологических характеристик анализа // Журнал аналитической химии.- 1975, 925 с.
6. Рекомендации по метрологической оценке результатов определений //Журнал аналитической химии,- 1978, 202 с.
7. Крищенко В.П. Ближняя инфракрасная спектроскопия / Научно-методический центр по инфракрасной спектроскопии. - М., 1997.- 638 с.

Приложение

Форма представления результатов лабораторного анализа

№ пробы	Наименование фракции нефтепродукта	Результат определения, мг/л	Расхождение между параллельными определениями, мг/л		Результат анализа в исследуемой пробе, мг/л	Вывод по ПДК
			фактическое	допускаемое		
1	2	3	4	5	6	7
1	нефть	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	
2	средняя	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	
3	легкая	1	1	1	1	
		2	2	2	2	
		среднее	среднее	среднее	среднее	

ПДК в воде нефтепродуктов 0,1 мг/ дм³ (СанПиН 2.1.4.1074-01)

ПДК нефтепродуктов в воде рыбхозов и водоемов 0,05 мг/ дм³

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор
проректор по учебной работе
Е.А. Кудряшов



«6» сентября 2012 г.

Измерение массовой концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная
экология», «Экология Курского края»
для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: Л.П. Изотова, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *О.Г. Меньшикова*

Измерение массовой концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: Л.П. Изотова, В.В. Протасов. Курск, 2012. 12 с.: табл. 2. Библиогр.: с. 10.

Излагается методика количественного определения концентрации сульфат - ионов в пробах природных и сточных вод турбидиметрическим методом.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Общая экология», «Экология», «Промышленная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать 6.09.12. Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,70. Уч.-изд. л. 0,63. Тираж 50 экз. Заказ 238. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель работы

Изучить и практически освоить методику измерения массовой концентрации сульфат-ионов турбидиметрическим методом в пробах природной и сточной воды, применяемую для оценки экологической безопасности при проведении мониторинга объектов окружающей среды, экологической экспертизы и промышленного контроля.

Методы изучения

1. Теоретический - пропись методики определения концентрации сульфат-ионов в исследуемых пробах воды.
2. Практический - в лаборатории кафедры ОТ и ОС

1. Назначение методики

Методика предназначена для количественного определения сульфат-ионов в исследуемых пробах природной и сточной воды при проведении оценки экологической безопасности окружающей среды.

2. Принцип метода

Метод количественного определения сульфат-ионов в воде основан на образовании стабилизированной суспензии сульфата бария в соляно-кислой среде с последующим измерением величины оптической плотности исследуемых проб.

3. Основные метрологические характеристики

Данная методика имеет следующие основные метрологические характеристики:

- чувствительность определения сульфатов составляет $1 \cdot 10^{-3}$ мг/л;
- точность и воспроизводимость метода характеризуется величиной относительного стандартного отклонения в диапазоне определяемых концентраций не превышает $S_r \leq 0,15$;
- доверительный интервал в линейном диапазоне определяемых концентраций лежит в пределах от 0,002 до 0,050.

4. Характеристики погрешности измерений

Методика обеспечивает выполнение измерений с погрешностью, не превышающей величин, указанных в таблице 1.

5. Средства измерений, вспомогательные устройства, реактивы и материалы

5.1 Средства измерения и стандартные образцы

1. Прибор для фотометрического анализа (фотометр, фотоэлектроколориметр или спектрофотометр, позволяющий измерять оптическую плотность в диапазоне 600-670 нм в кюветах с толщиной

поглощающего слоя 10-50 мм.

Таблица 1. Характеристики погрешности методики выполнения измерений при доверительной вероятности $P=0,95$, $n=5$.

Диапазон измерений, мг/л	Характеристика общей погрешности $\pm\delta$, %	Характеристика случайной составляющей погрешности $\sigma(\delta)$, %	Характеристика систематической составляющей погрешности $\pm\delta_c$, %
от. 10 до 50	15	12	8
свыше 50 до 1000	10	10	6

2. Весы лабораторные общего назначения 2-го класса точности (например, ВЛР-200, ВЛА-200) по ГОСТ 24104.

3. Меры массы по ГОСТ 7328.

4. Колбы мерные вместимостью 100, 50, 25 см³ 2-го класса точности по ГОСТ 1770.

5. Пипетки с одной отметкой 2-го класса точности вместимостью 5, 10, 25, 50 см³ по ГОСТ 29169-91.

6. Пипетки градуированные 2-го класса точности вместимостью 1, 2, 5, 10 см³ по ГОСТ 29227.

7. Государственный стандартный образец состава раствора сульфат-иона (1 мг/мл) ГСО 7253.

Допускается использование средств измерения и стандартных образцов с аналогичными или лучшими метрологическими характеристиками.

5.2. Реактивы

1. Вода дистиллированная по ГОСТ 6709.

2. Барий хлористый, ч.д.а. по ГОСТ 4108.

3. Глицерин, ч.д.а. по ГОСТ 6259.

4. Кислота борная, х.ч. по ГОСТ 9656.

5. Кислота соляная, х.ч. по ГОСТ 3118.

5.3. Вспомогательные устройства и материалы

1. Фильтры обеззоленные. "синяя лента", по ТУ 6-09-1678.

2. Колбы конические вместимостью 25, 100, 500, 1000 см³ по ГОСТ 25336.

3. Воронки лабораторные по ГОСТ 25336.

4. Бутыли стеклянные и полиэтиленовые для хранения вспомогательных растворов, а также для хранения и транспортировки проб.

6. Условия безопасного проведения работы

6.1. При выполнении измерений массовой концентрации сульфата необходимо соблюдать требования техники безопасности при работе с химическими реактивами по ГОСТ 12.1.007.

6.2. Требования электробезопасности при работе с электроустановками по ГОСТ 12.1.019.

6.3. Помещение должно соответствовать требованиям пожаробезопасности по ГОСТ 12.1.004 и иметь средства пожаротушения по ГОСТ 12.4.009.

6.4. Содержание вредных веществ в воздухе не должно превышать допустимых значений по ГОСТ 12.1.005.

7. Условия выполнения измерений

При выполнении измерений в лаборатории должны быть "соблюдены следующие условия:

- температура воздуха $(20 \pm 5)^\circ\text{C}$;
- атмосферное давление 84,0-106,7 кПа (630-800 мм рт.ст.);
- влажность воздуха не более 80% при температуре 25°C ;
- напряжение в сети (220 ± 10) В;
- частота переменного тока (50 ± 1) Гц.

8. Подготовка к выполнению измерений

Отбор проб сточной воды - по НВН 33.5.3.01. Объем отбираемой пробы составляет не менее 100 см^3 . Пробу можно не консервировать, однако при наличии соединений серы иных форм (сульфиты, сульфиды, тиосульфата) проба должна быть проанализирована в течение 2 час.

При подготовке к выполнению измерений должны быть проведены следующие работы: приготовление вспомогательных и градуировочных растворов и проверка исправности средств измерения (фотометра, фотоколориметра, спектрофотометра).

8.1. Приготовление осадительной смеси

Для приготовления осадительной смеси 60 г хлорида бария и 30 г борной кислоты растворяют при нагревании в $500-600 \text{ см}^3$ дистиллированной воды и охлаждают. Приливают 200 см^3 глицерина, 50 см^3 концентрированной соляной кислоты, разбавляют

дистиллированной водой до 1000 см^3 , перемешивают и оставляют на 2-3 дня. Затем приготовленный раствор декантируют с осадка.

8.2. Приготовление рабочего раствора сульфат-иона с массовой концентрацией 100 мг/дм^3

В мерную колбу вместимостью 50 см^3 помещают 5 см^3 ГСО состава раствора сульфат-иона, (массовая концентрация 1 мг/см^3), разбавляют до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. Срок хранения полученного раствора - 3 месяца.

При использовании ГСО с концентрацией сульфат-иона 10 мг/см^3 , необходимо приготовить промежуточный раствор с концентрацией 1 мг/см^3 , разбавляя в мерной колбе 5 см^3 раствора ГСО до 50 см^3 дистиллированной водой.

8.3. Приготовление градуировочных растворов

В шесть мерных колб вместимостью 50 см^3 помещают по 20 см^3 осадительного раствора и затем в пять из них приливают по каплям $2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 \text{ см}^3$ рабочего раствора сульфат-иона с концентрацией 100 мг/дм^3 , что соответствует его содержанию ОД; $0,4; 0,6; 0,8; 1,0 \text{ мг}$ в 50 см^3 , и затем содержимое всех колб (включая колбу, в которую сульфат-ион не добавляли) разбавляют до метки дистиллированной водой.

Растворы перемешивают в течение 30 сек и через 5-10 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора относительно раствора, приготовленного без сульфат-иона («холостой» раствор). Измерения для каждого раствора должны производиться строго в одно и то же время после добавления раствора сульфат-иона.

8.4. Построение градуировочного графика

Через 5-10 мин после - приготовления растворов измеряют оптическую плотность (не менее пяти отсчетов) полученных растворов на длине волны $600-670 \text{ нм}$ в зависимости от спектральных характеристик светофильтра, входящего в комплект прибора. При использовании спектрофотометров измерения производят на длине волны $650 \pm 5 \text{ нм}$. Одновременно готовят 3-5 «холостых» проб.

После измерения стандартных растворов и «холостой» пробы вычисляют среднее арифметическое полученных значений оптической плотности, и строят градуировочный график в координатах оптическая плотность - содержание сульфата в растворах

градуировочной серии, мг/мл. Значение оптических плотностей определяют за вычетом оптической плотности «холостой» пробы.

Рекомендуется для хранения и обработки градуировочного графика использовать возможности микропроцессора прибора и программы для ПЭВМ. Значения $D=f(C)$ должны быть в линейном диапазоне градуировочного графика с величиной коэффициента корреляции не менее $R=0,9998$. Графически калибровочный график строят по линейному уравнению $y = a \cdot x + b$ в координатах x и y .

9. Выполнение измерений

Пробу сточной воды фильтруют через фильтр "синяя лента", отбрасывая первые порции фильтрата. Затем анализируют две аликвотные порции воды. Содержание сульфата в аликвотной порции должно составлять 0,2-1,5 мг, желательно 0,5-1,5 мг.

В три мерные колбы вместимостью 50 см³ помещают по 20 см³ осадительной смеси, затем в две из них по каплям вносят 1-20 см³ анализируемой пробы. Содержимое всех колб быстро доводят до метки дистиллированной водой, перемешивают в течение 30 сек и через 5-10 мин (точное значение времени выдержки должно быть таким же, как и при приготовлении градуировочных растворов) измеряют оптическую плотность растворов проб относительно раствора, приготовленного без введения пробы («холостой» пробы). Условия измерения оптической плотности - те же, что и при построении градуировочной зависимости.

Значения оптической плотности исследуемой пробы воды определяют за вычетом значения оптической плотности «холостого» раствора, а затем количественно определяют концентрацию сульфатов с использованием калибровочного графика $D=f(C)$.

Примечание. Если содержание сульфата в аликвотной порции пробы оказывается менее 0,2 мг/мл или более 1,5 мг/мл, то анализ повторяют, изменив аликвотную порцию. При величине оптической плотности пробы $D > 1$ исследуемую пробу разбавляют и проводят повторное определение.

10. Обработка результатов измерений

Массовую концентрацию сульфата в пробе вычисляют по формуле:

$$X = 1000 \cdot Q \cdot p / V, \text{ мг/л}, \quad (1)$$

где Q - содержание сульфата в аликвотной порции пробы, найденное по градуировочному графику, мг; p - кратность разбавления пробы; 1000 - коэффициент пересчета в размерность, л; V - объем аликвотной порции пробы, см³.

11. Контроль погрешности измерений

11.1. Оперативный контроль воспроизводимости

Образцами для контроля являются пробы природных и сточных вод, подлежащих анализу по данной методике.

Отобранный объем делят на две равные части и анализируют в точном соответствии с настоящей методикой, максимально варьируя условия проведения анализа, т.е. получают два результата анализа, используя разные наборы мерной посуды, разные партии реактивов. В работе должны участвовать два аналитика. Результаты контроля признаются удовлетворительными, если выполняется условие:

$$|X_1 - X_2| < 0,01 \cdot S_r \cdot X, \quad (4)$$

где X_1 - результат анализа рабочей пробы, мг/дм³; X_2 - результат анализа этой же пробы, полученный другим аналитиком с использованием другого набора мерной посуды и других партий реактивов, мг/дм³; S_r - допускаемые расхождения между результатами анализа одной и той же пробы, %.

Значения S_r выбирают в соответствии с найденным значением X по таблице 2

Таблица 2. Нормативы оперативного контроля сходимости и воспроизводимости для $P = 0,95$.

Диапазон концентраций, мг/л	Нормативы оперативного контроля	
	сходимости, S_r отн, % (для двух результатов параллельных определений, $n=5$)	воспроизводимости, $S_{r\Delta}$, % (для результатов измерений, $m=5$)
от 10 до 50 включительно	16	20
свыше 50 до 1000 включительно	12	17

При превышении норматива оперативного контроля воспроизводимости анализ повторяют. При повторном превышении указанного норматива выясняют причины, приводящие к неудовлетворительным результатам контроля, и устраняют их.

11.2. Оперативный контроль погрешности

Образцами для контроля погрешности также являются пробы природных и сточных вод, подлежащих анализу по данной методике.

Объем отобранной пробы для контроля должен соответствовать удвоенному объему, необходимому для проведения анализа по методике.

Отобранный объем также делят на две равные части, первую из которых анализируют в точном соответствии с изложенной методикой и получают результат анализа исходной рабочей пробы X (мг/дм³), а во вторую часть делают добавку определяемого компонента (C_d , мг/дм³) и также анализируют, получая результат анализа рабочей пробы с добавкой (X' , мг/дм³). Величина добавки должна составлять 50-150 % от концентрации в исходной пробе. Результаты анализа исходной рабочей пробы и рабочей пробы с добавкой получают по возможности в одинаковых условиях, т.е. их получает один аналитик с использованием одного набора мерной посуды, одной партии реактивов и т.д.

Решение об удовлетворительной погрешности принимают при выполнении условия:

$$(X' - X - C_d) < K_d, \quad (4)$$

где X - результат анализа рабочей пробы, мг/дм³; X' - результат анализа рабочей пробы с добавкой определяемого компонента, мг/дм³; C_d - значение добавки сульфата, мг/дм³; K_d - норматив оперативного контроля погрешности, мг/дм³.

12. Контрольные вопросы

1. Физико-химические свойства органических и неорганических сульфатных соединений.
2. Токсикологические свойства сульфатных соединений
3. Предельно-допустимые концентрации сульфат-ионов в воде.
4. Понятие оптического закона Бугера-Ламберта-Бэра.
5. Принцип спектрометрического метода определения веществ.
6. Формула расчета концентраций сульфат-ионов в исследуемых пробах.
7. Порядок приготовления стандартных растворов.
8. Порядок построения градуировочного графика.
9. Понятие «холостой» пробы.
10. Основные метрологические характеристики метода определения веществ.
11. Понятие чувствительности методики анализа веществ в пробах.

12. Определение точности и воспроизводимости результатов анализа.

Контрольные задания

Определить значение концентраций сульфат-ионов в исследуемых пробах воды при условиях:

1. Объем исследуемой пробы 10 мл.
2. Значения оптической плотности исследуемых растворов $D=0,05-1,5$.
3. Величина оптической плотности «холостой» пробы $D_{хол}=0,006$.
4. Значения оптической плотности стандартных растворов сульфата и основные метрологические характеристики метода приведены в Приложении.
4. Толщина кюветы к прибору 10 мм.
5. Значения концентраций сульфат-ионов лежит в пределах от 1 до 10 мг/л.
6. Классы опасности сульфатных соединений от 1 до 4 классов.
7. Другие гидро-химические показатели в исследуемых пробах предварительно определены по санитарным нормам.
8. Измерительный прибор (спектрофотометр) имеет предел измерения оптической плотности 1,0.

13. Содержание отчета

9. Назначение лабораторной работы и ее цель.
10. Расчетные формулы.
11. Экспериментальные данные по определению сульфат-ионов в исследуемых пробах.
12. Результаты по решению контрольной задачи (по условию задания).
13. Выводы.

Библиографический список

1. Дмитриев М.Г. и др. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде, справочник, М.: Химия, 1989, 264 с.
2. Вредные вещества в промышленности. Справочник для химиков, инженеров и врачей. Изд. 7-е, пер. и доп. В трёх томах. Том 3.

Неорганические и элементарорганические соединения. Под ред. засл. деят. науки проф. Н.В. Лазарева, Л., «Химия», 1977.

3. Унифицированные методы исследования качества вод. - М.: СЭВ, ч. 1, т. 1, 1987.

4. Беспаятное Г. П., Кротов Ю. А. Предельно допустимые концентраций химических веществ в окружающей среде. Л.:Химия, 1987, 429 с.

5. Новиков Ю.Ю., Ласточкина КС., Болдина З.Н. Методы исследования качества воды водоемов. - М.: Медицина, 1990.

6. Руководство по химическому анализу поверхностных вод суши/Под ред. А.Д. Семенова. - Л.: Гидрометеоздат, 1977. - 542 с.

7. Термины, определения и обозначения метрологических характеристик анализа // Журнал аналитической химии. - 1975, 925 с.

Приложение

Значения оптической плотности стандартных растворов сульфат-ионов в сточной воде ($n=10$, $P=0,95$, $\bar{D}_{\text{хол}}=0,006$, прибор КФК-2, $\lambda_{\text{max}}=650$ нм).

n	Оптическая плотность (D)						
	Значения концентраций сульфат-ионов, мг/мл						
	1×10^{-3}	2×10^{-3}	5×10^{-3}	1×10^{-2}	2×10^{-2}	5×10^{-2}	1×10^{-1}
1	0,009	0,019	0,058	0,124	0,230	0,620	>1,0
2	0,010	0,021	0,060	0,126	0,231	0,642	>1,0
3	0,009	0,022	0,064	0,130	0,228	0,656	>1,0
4	0,012	0,024	0,059	0,124	0,236	0,664	>1,0
5	0,009	0,023	0,060	0,126	0,234	0,652	>1,0
6	0,010	0,018	0,064	0,131	0,245	0,651	>1,0
7	0,012	0,021	0,069	0,136	0,244	0,631	>1,0
8	0,014	0,020	0,062	0,127	0,239	0,653	>1,0
9	0,010	0,022	0,064	0,129	0,240	0,636	>1,0
10	0,012	0,019	0,065	0,132	0,242	0,658	>1,0
\bar{D}	0,011	0,021	0,064	0,131	0,236	0,657	>1,0
S_r	0,085	0,076	0,062	0,058	0,051	0,048	-
$\pm \varepsilon$	0,002	0,004	0,006	0,010	0,040	0,050	-

Примечание.

D - величина оптической плотности промеряемого стандарта.

\bar{D} - среднее значение оптической плотности промеряемого стандарта по 10 параллельным измерениям.

$\bar{D}_{\text{хол}}$ - среднее значение величины оптической плотности «холостой» пробы по 5 параллельным измерениям.

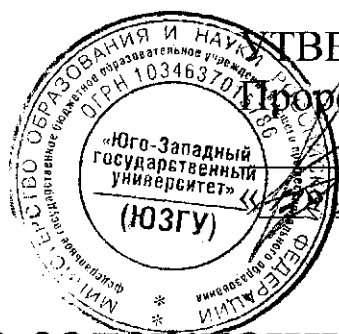
S_r - величина относительного стандартного отклонения результатов анализа по 10 параллельным измерениям.

$\pm \varepsilon$ - значения доверительного интервала измерений.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды



ТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2014 г.

Определение содержания газообразных вредных веществ в воздухе рабочей зоны

Методические указания к проведению лабораторной работы по дисциплинам «Экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды», «Расчет и проектирование систем обеспечения безопасности», «Основы применения природоохранного оборудования на предприятиях», «Защита атмосферы от техногенных воздействий» для студентов всех специальностей и направлений

УДК 66.074.2/3

Составители: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, Г.П. Тимофеев

Рецензент

Кандидат химических наук, доцент *В.В. Протасов*

Определение содержания газообразных вредных веществ в воздухе рабочей зоны: методические указания к проведению лабораторной работы по дисциплинам «Экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды», «Расчет и проектирование систем обеспечения безопасности», «Основы применения природоохранного оборудования на предприятиях», «Защита атмосферы от техногенных воздействий» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.В. Юшин, Е.А. Преликова, Г.П. Тимофеев. Курск, 2014. 20 с.: ил. 6, табл. 8. Библиогр.: с. 20.

Представлена характеристика существующих методов определения вредных веществ в воздушной среде, устройство и принцип работы универсального газоанализатора УГ – 2, газоанализатора ЭЛАН.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений, изучающих дисциплины «Экология», «Экология Курского края», «Системы защиты воздушной среды», «Расчет и проектирование систем обеспечения безопасности», «Основы применения природоохранного оборудования на предприятиях», «Защита атмосферы от техногенных воздействий».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать Формат 60x84 1/16. Бумага офсетная.
Усл. печ. л. 1,16. Уч.-изд.л. 1,05. Тираж 30 экз. Заказ . Бесплатно.
Юго-Западный государственный университет.
305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Цель работы: 1. Ознакомиться с методами определения вредных веществ в воздушной среде.

2. Изучить устройство и принцип работы универсального газоанализатора УГ – 2. Научиться определять концентрации вредных веществ в воздушной среде с помощью газоанализатора УГ – 2.

3. Изучить принцип работы газоанализатора ЭЛАН. Научиться определять концентрацию вредных веществ в воздушной среде с помощью газоанализатора ЭЛАН.

Основные положения

Вредное вещество – вещество, которое при контакте с организмом человека может вызвать профессиональные заболевания или отклонения в состоянии здоровья, обнаруживаемые современными методами, как в процессе воздействия вещества, так и в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений. Нормирование содержания вредных веществ в объектах окружающей среды осуществляется с помощью ПДК.

ПДК в воздухе рабочей зоны (ПДК_{р.з.}) - концентрация, которая при ежедневной (кроме выходных дней) работе в течение всего рабочего стажа не должны вызывать заболеваний или отклонений в состоянии здоровья, обнаруживаемых современными методами исследований в процессе работы или в отдаленные сроки жизни настоящего и последующих поколений.

Периодичность контроля качества воздушной среды зависит от класса опасности вредного вещества и составляет: 1 раз в 10 дней для веществ I класса (вещества чрезвычайно опасные); 1 раз в месяц для веществ II класса (вещества высоко опасные); 1 раз в квартал для веществ III (вещества умеренно опасные) и IV классов (вещества мало опасные).

В настоящее время разработано множество методов определения вредных веществ. Для обнаружения, идентификации и количественного определения вредных веществ применяются **химические** (весовой и титриметрический способы) и **физико-химические** методы (хроматографические, спектральные,

электрохимические и др.). Наиболее широко используются физико-химические методы анализа.

Хроматографические методы анализа заключаются в том, что проба воздуха в виде газообразных или испаряющихся компонентов вводится в поток газа – носителя и вместе с ним пропускается через колонки с адсорбентом (*адсорбционная газохроматография*) или с нанесенными на твердые поверхности нелетучими жидкостями (*газожидкостная хроматография*), причем отдельные компоненты смеси выходят из колонки отдельными фракциями и могут быть определены в виде отдельных веществ в смеси с газом – носителем. Способ отличается высокой избирательностью, высокой чувствительностью. Благодаря тому, что для анализа требуется небольшой объем газа, газовая хроматография имеет преимущество при исследовании малых объемов газов. К недостаткам способа следует отнести использование значительного числа приборов, необходимость использования специальных установок.

Сущность электрохимических методов заключается в измерении электропроводности анализируемых растворов: *кондуктометрический* способ основан на определении количества электричества, необходимого для осуществления электрохимического процесса выделения на электроде или образования в электролите соединения, по которому проводят анализ пробы. В основу *вольтамперометрии* положена зависимость между характером поляризации рабочего электрода и составом раствора, в котором он находится. Недостатками методов являются: сложность применяемого оборудования; необходимость использования источника электрической энергии.

Наиболее распространенными методами исследования качественного и количественного состава загрязнений воздуха являются спектральные методы анализа, среди которых широкое распространение получили абсорбционные оптические методы. Среди них выделяют: *атомно-абсорбционный анализ*, основанный на поглощении световой энергии атомами анализируемых веществ; анализ по поглощению и рассеянию световой энергии взвешенными частицами анализируемого вещества (*турбидиметрия, нефелометрия*); *люминесцентный анализ*,

основанный на измерении излучения, возникающего в результате выделения избытка энергии возбужденными молекулами анализируемого вещества; *молекулярный абсорбционный анализ* осуществляется по поглощению света молекулами анализируемого вещества и сложными ионами в ультрафиолетовой, видимой и инфракрасных областях спектров (спектрофотометрия, фотоколориметрия), *фотоколориметрический* (основан на измерении ослабления светового потока, прошедшего через окрашенный раствор в области длин волн 400 – 760 нм) и *спектрофотометрический* (в его основе лежит избирательное поглощение монохроматического потока световой энергии при прохождении его через исследуемый раствор) методы анализа.

Концентрацию вредных веществ в воздухе во многих случаях необходимо установить быстро, что позволяет осуществить использование *экспрессных методов*, в основе которых лежит цветная реакция, протекающая в различных средах – в растворах, на реактивной бумаге или на твердых сорбентах.

Преимуществами экспрессных методов являются: возможность определения малых концентраций вредных веществ в воздухе; простота использования; быстрое получение результатов непосредственно в месте отбора пробы; методы могут служить оперативным средством контроля атмосферы в процессе изучения характера и зоны распространения загрязнения.

Широко применяется в экспрессном анализе колориметрический метод определения с помощью индикаторных трубок: газ пропускается через слой индикаторного порошка который меняет свою окраску. При этом мерой концентрации может быть интенсивность окраски (*колориметрический способ*) или длина окрашенного слоя (*линейно-колористический способ*).

Особенность линейно-колористического метода состоит в том, что реакция между определяемым веществом и цветореагентом, нанесенным на зерна носителя, протекает в динамических условиях, поэтому реактивами могут быть соединения, дающие при взаимодействии с исследуемым веществом окрашенные продукты.

В качестве носителей реактивов используются различные материалы – фарфор, крупнопористый силикагель различных марок и др.

Особое внимание при разработке трубок уделяется их избирательности, т.е. определять анализируемое вещество в присутствии сопутствующих примесей. С этой целью используются фильтрующие трубки для улавливания мешающих веществ.

Для пропускания анализируемого воздуха через индикаторные трубки применяются различные воздухозаборные устройства. Одним из таких устройств является воздухозаборное устройство универсального газоанализатора УГ – 2.

УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ ГАЗОАНАЛИЗАТОРА УГ – 2

Газоанализатор УГ-2 состоит из воздухозаборного устройства, измерительных шкал, комплектов индикаторных трубок и фильтрующих патронов, запаянных ампул с индикаторными порошками и набора других принадлежностей, необходимых для приготовления индикаторных трубок и фильтрующих патронов.

Основной частью воздухозаборного устройства (рис. 1) является резиновый сильфон 2 с двумя фланцами, стакана с пружиной 3, находящихся внутри корпуса 1. Во внутренних гофрах сильфона установлены распорные кольца 4 для придания жесткости сильфону и сохранения постоянства объема. Неподвижная втулка 7 служит для направления штока 6 при сжатии сильфона. На штуцер 11 с внутренней стороны надета трубка резиновая 12, которая через нижний фланец соединяется с внутренней полостью сильфона.

Индикаторная трубка присоединяется при анализе к свободному концу трубки 12. Исследуемый воздух пропускают через индикаторную трубку после предварительного сжатия сильфона штоком 6. На гранях (под головкой штока) обозначены объемы пропускаемого при анализе воздуха. На цилиндрической поверхности штока имеются четыре продольные канавки, каждая с двумя углублениями 6, служащими для фиксации фиксатором 8 объема пропускаемого воздуха. Расстояние между углублениями на канавках подобрано так, чтобы при ходе штока от одного

углубления до другого сильфон забирает необходимый для анализа данного газа объем исследуемого воздуха.

Принцип работы газоанализатора УГ – 2 основан на изменении окраски слоя индикаторного порошка в индикаторной трубке после просасывания через нее воздухозаборным устройством воздуха рабочей зоны производственных помещений.

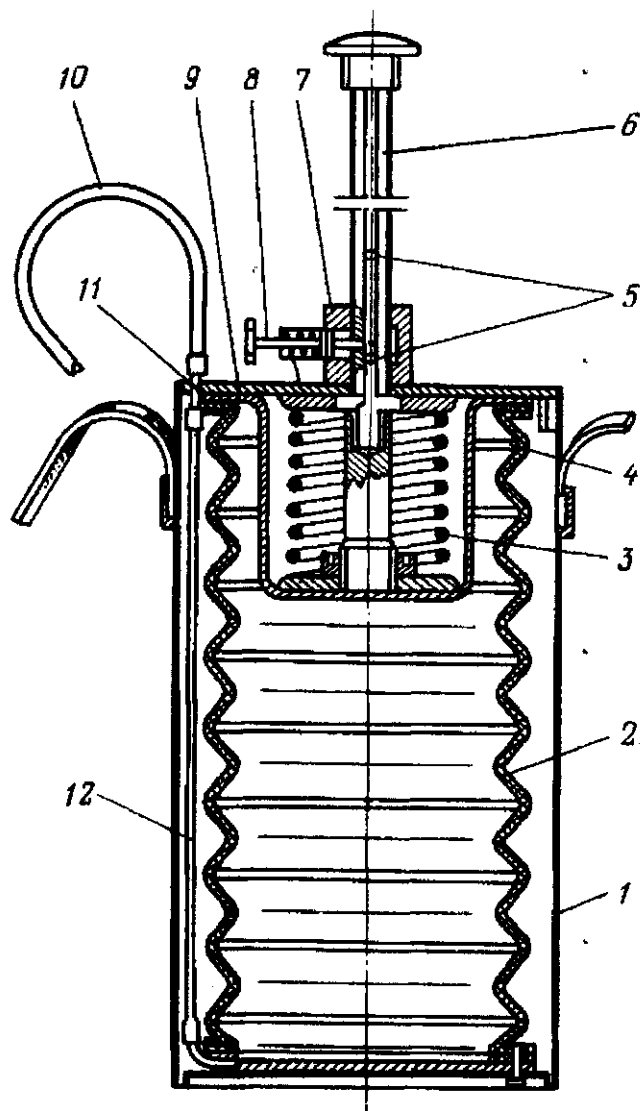


Рис. 1. Воздухозаборное устройство газоанализатора УГ – 2: 1 – корпус; 2 – сильфон; 3 – пружина; 4 – кольцо распорное; 5 – канавка с двумя углублениями; 6 – шток; 7 – втулка; 8 – фиксатор; 9 – плата; 10 – трубка резиновая; 11 – штуцер; 12 – трубка резиновая

Подготовка к работе индикаторных средств.

Перед изготовлением стеклянные индикаторные трубки тщательно промывают водой и сушат при температуре 120 – 130⁰С. Высушенные трубки хранят в эксикаторе.

В один конец стеклянной индикаторной трубки 1 (рис. 2) вставляют стержень, в противоположный конец трубки вкладывают тампон из ваты, которую уплотняют с помощью стержня до 2 – 3 мм. Через воронку 3 в индикаторную трубку насыпают до края индикаторный порошок из ампулы, вскрытой перед употреблением. Ампулу с оставшимся индикаторным порошком запаивается.

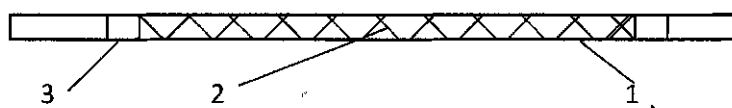


Рис. 2. Конструкция индикаторной трубки: 1 – корпус трубки; 2 – слой индикаторного порошка; 3 – слой уплотнителя

Постукивая по стенке трубки, удерживаемой вертикально стержнем, уплотняют столбик индикаторного порошка и вкладывают второй тампон толщиной 2-3 мм. Длина уплотненного столбика индикаторного порошка контролируется длиной стержня от конца до нанесенной на нем отметки.

Изготовленные индикаторные трубки герметизируют колпачками из смеси парафина с полиэтиленом, опуская поочередно концы трубок в расплавленную смесь на 3-7 мм. Во избежание длительного соприкосновения индикаторного порошка с воздухом трубки готовят партиями не более 10 штук. После проведения измерений индикаторный порошок высыпают. Трубки моют и сушат для повторного использования.

Оценка набивки индикаторных трубок осуществляется путем сравнения продолжительности хода штока до защелкивания с паспортными данными (табл.1). Если продолжительность хода штока до защелкивания меньше указанной в таблице, то индикаторный порошок уплотнен в трубке слабо, и наоборот.

Параметры работы УГ – 2 представлены в таблице 1.

Таблица 1

Основные параметры работы газоанализатора УГ-2

Определяемый газ	Пропускаемый объем воздуха, см ³	Пределы измерения, мг/м ³	Продолжительность хода штока до защелкивания, с	Продолжительность просасывания воздуха, с
Азота оксиды	300	2,5-50	220-300	420
Аммиак	200	2,5-30	30-60	120
	100	20-100	4-10	40
Бензин	300	50 - 1000	200-230	420
Серы диоксид	300	5-30	110-160	300
	100	20-120	15-45	60
Сероводород	300	5-30	140-200	300
	100	20-200	10-30	60
Толуол	300	25-500	200-230	420
Углерода окись	200	5-120	180-240	420

Окраска, получаемая на наполнителе индикаторной трубки в результате взаимодействия исследуемого вещества с цветореагентом, а также мешающие определению вещества указаны в таблице 2.

В зависимости от пределов измерений на конкретное определяемое вещество имеется одна или две шкалы. В основу построения измерительных шкал положены градуировочные кривые, выражающие зависимость длины окрашенного слоя порошка в индикаторной трубке от концентрации анализируемого вещества.

Основная относительная погрешность результата измерения концентрации вредных веществ в воздухе газоанализатором УГ-2 до 1 ПДК не превышает $\pm 60\%$, в интервале от 1 до 2 ПДК - $\pm 35\%$ и свыше 2 ПДК - $\pm 25\%$.

Увеличение точности может быть достигнуто за счет использования готовых запаянных индикаторных трубок. При этом значительно упрощается процесс подготовки к проведению анализа. В некоторых случаях, измерительная шкала может быть нанесена непосредственно на трубку.

Таблица 2

Характеристика окраски индикаторных порошков

Определяемое вещество	Окраска индикаторного порошка в результате воздействия определяемого вещества	Газ, улавливаемый фильтрующим патроном	Вещества, мешающие определению
Азота оксиды	Красная	-	Галогены, озон свыше 10 ПДК
Бензин	Светло-коричневая	Непредельные углеводороды и пары воды	-
Аммиак	Синяя	-	Пары кислот, щелочей и аминов
Серы диоксид	Белая	Сероводород, аммиак, диоксида азот, пары воды	-
Сероводород	Коричневая	-	Меркаптаны
Толуол	Темно-коричневая	Пары воды	Пары углеводородов
Углерода окись	Коричневое (кольцо)	Ацетилен, этилен, оксиды азота, хлор, диоксид серы, водород	Пары карбониллов металлов

УСТРОЙСТВО И ПРИНЦИП РАБОТЫ ГАЗОАНАЛИЗАТОРА ЭЛАН

Газоанализаторы ЭЛАН предназначены для измерения массовой концентрации одного из компонентов – CO, NO, NO₂, SO₂, H₂S, O₃, Cl₂, NH₃ или объемной доли O₂ в воздухе.

Газоанализатор представляет собой автоматический показывающий и сигнализирующий прибор, конструктивно выполненный в одном блоке.

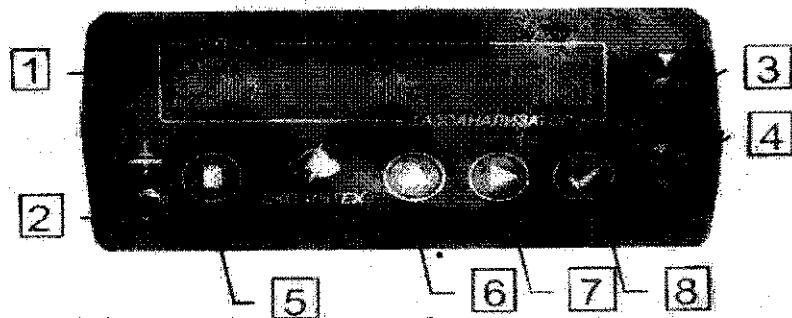


Рис. 3 Вид со стороны лицевой панели: 1- дисплей; 2- гнездо зарядного устройства; 3-вход газа; 4- выход газа; 5- кнопка «ВКЛ»; 6- кнопка «ВЫКЛ»; 7- кнопка – «МЕНЮ»; 8- кнопка «ПОДСВЕТКА»

Газоанализатор применяются для контроля содержания токсичных компонентов или кислорода в воздухе рабочей или жилой зоны.

Принцип действия – электрохимический.

Вид климатического исполнения УХЛ 4.2 по ГОСТ 15150.

По допускаемому углу наклона – независимый (группа НЗ по ГОСТ 13320).

Питание – от встроенного NiCd аккумуляторной батареи 9,6 В.

В стационарных условиях может осуществляться от зарядного устройства в сети 220 В/ 50 Гц.

Таблица 3

Условия эксплуатации

- температура окружающей среды, °С:	минус 10...50 (допустимая)*; 5...45 (оптимальная)
-относительная влажность воздуха, %	15...98 (без конденсации влаги)
-атмосферное давление, кПа (мм рт. ст.)	84...106,7 (630...800)

* работа в отрицательном диапазоне температур значительно сокращает емкость аккумуляторной батареи.

Таблица 4

Технические характеристики газоанализатора ЭЛАН

Модификация	Измеряемый газ	Диапазон измерения
ЭЛАН-O ₂	кислород	0 – 25% об. д.
ЭЛАН-CO-50	оксид углерода	0 – 50 мг/м ³
ЭЛАН-CO-200	оксид углерода	0 – 200 мг/м ³
ЭЛАН-CO-500	оксид углерода	0 – 500 мг/м ³
ЭЛАН-H ₂ S	сероводород	0 – 20 мг/м ³
ЭЛАН-SO ₂	диоксид серы	0 – 20 мг/м ³
ЭЛАН-NO	оксид азота	0 – 50 мг/м ³
ЭЛАН-NO ₂	диоксид азота	0 – 10 мг/м ³
ЭЛАН-O ₃	озон	0 – 1 мг/м ³
ЭЛАН-Cl ₂	хлор	0 – 10 мг/м ³
ЭЛАН-NH ₃	аммиак	0 – 20 мг/м ³

Примечание.

1) Газоанализаторы CO, H₂S, NO, NO₂, O₃, Cl₂, NH₃ имеют поддиапазоны измерения в области малых концентраций (см. табл.*5).

2) Концентрация CO, H₂S, NO, NO₂, O₃, Cl₂, NH₃ может быть представлена как в мг/м³, так и в ppm.

Таблица 5

Пределы допускаемой основной погрешности

Модификация прибора	Единицы фактической величины	Диапазон измерения	Пределы допускаемой основной абсолютной погрешности
ЭЛАН-O ₂	% об. д.	0 – 25	± 0,2
ЭЛАН-CO-50	мг/м ³	0 – 3	± 0,6
		3 – 50	± 0,2Cx*
ЭЛАН-CO-200	мг/м ³	0 – 200	± (0,5+0,1Cx)
ЭЛАН-CO-500	мг/м ³	0 – 500	± (0,5+0,1Cx)
ЭЛАН-H ₂ S	мг/м ³	0 – 3	± 0,75
		3 – 20	± (0,15+0,2Cx)
ЭЛАН-SO ₂	мг/м ³	0 – 20	± (0,1+0,15Cx)
ЭЛАН-NO	мг/м ³	0 – 2	± (0,1+0,15Cx)
		2 – 50	± (0,2+0,1Cx)
ЭЛАН-NO ₂	мг/м ³	0 – 1	± (0,005+0,2Cx)
		1 – 10	± (0,055+0,15Cx)
ЭЛАН-O ₃	мг/м ³	0 – 0,1	± 0,02
		0,1 – 1	± 0,2 Cx
ЭЛАН-Cl ₂	мг/м ³	0 – 5	± (0,1+0,2Cx)
		5 – 10	± (0,35+0,15Cx)
ЭЛАН-NH ₃	мг/м ³	0 – 3	± (0,1+0,2Cx)
		3 – 20	± (0,25+0,15Cx)

* Cx – измеренная концентрация

- пределы дополнительной погрешности от взаимного влияния неизмеряемых компонентов, не более $\pm 1,0\Delta$.

- пределы допускаемой дополнительной погрешности от измерения температуры окружающего воздуха на каждые $10\text{ }^\circ\text{C}$ составляют не более $\pm 0,5\Delta$.

- пределы допускаемой дополнительной погрешности от измерения давления (от 84 до 106,7) кПа – не более $\pm 0,3\Delta$.

- пределы допускаемой дополнительной погрешности от измерения влажности (от 15 до 95) % - не более $\pm 0,2\Delta$.

- время установления показаний $T(0,9D)$ – не более 60 с.

- пределы допускаемой вариации показаний - $\pm 0,5\Delta$.

- время восстановления нормальной работы газоанализатора после снятия перегрузки, вызванной превышением содержания измеряемого компонента на 100% за пределы измерений, в течение 3 минут – не более 30 мин.

- время непрерывной работы газоанализатора – не менее 6 часов.

- масса – не более 1 кг.

- габаритные размеры - $150 \times 70 \times 180$ мм.

- максимальная потребляемая мощность – 2 В.

Таблица 6

Предельное содержание неизмеряемых компонентов в анализируемой газовой среде

Модификация	CO,	H ₂ S,	SO ₂ ,	NO,	NO ₂ ,	O ₃ ,	Cl ₂ ,	NH ₃ ,	O ₂ ,
	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	мг/м ³	% об.д.
ЭЛАН-O ₂	500	5,0	5,0	3,0	10	10	10	20	-
ЭЛАН-CO	-	10	10	3,0	10	10	1,0	20	25
ЭЛАН-H ₂ S	20	-	10	3,0	2,0	2,0	1,0	20	25
ЭЛАН-SO ₂	20	10	-	3,0	0,05	0,05	1,0	20	25
ЭЛАН-NO	20	1,0	10	-	2,0	2,0	1,0	20	25
ЭЛАН-NO ₂	20	1,0	10	3,0	-	0,05	0,05	20	25
ЭЛАН-O ₃	20	1,0	10	3,0	0,05	-	0,05	20	25
ЭЛАН-Cl ₂	20	2,5	10	3,0	0,08	0,08	-	20	25
ЭЛАН-NH ₃	20	5,0	5,0	3,0	2,0	2,0	1,0	-	25

Примечание. Допускается содержание механических примесей до 100 мг/м³

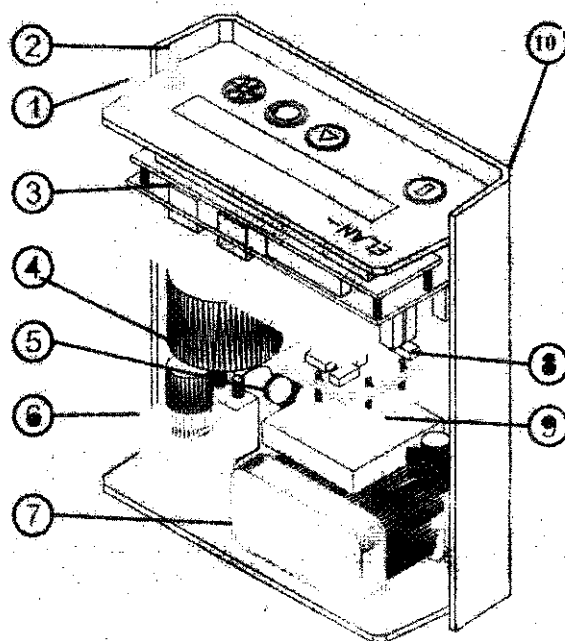


Рис. 4. Общий вид газоанализатора: 1- штуцер «Вход газа»; 2- штуцер «Выход газа»; 3- процессорный модуль; 4- фильтр; 5- тройник; 6- насос; 7- аккумуляторная батарея; 8- потенциостат; 9- электрохимическая ячейка; 10- корпус.

Прибор работает следующим образом. Измеряемый газ через штуцер «ВХОД ГАЗА» подается с помощью насоса на рабочий электрод ячейки, потенциал которого поддерживается на заданном уровне потенциостатом. Измеряемый газ окисляется (для O_2 , Cl_2 , O_3 , NO_2 - восстанавливается) на рабочем электроде ячейки.

Выходной ток ячейки, пропорциональный концентрации определяемого компонента в анализируемом газе, усиливается в схеме и преобразуется в цифровую форму в единицах концентрации ppm или mg/m^3 (для O_2 - % об.д.).

Схема включает в себя:

- элементы пневмосхемы: насос (6), фильтр (4), электрохимическая ячейка (9);
- потенциостат (8) с предварительным усилителем сигнала ячейки;
- аккумулятор (7);
- процессорный модуль с клавиатурой и знаковосинтезирующим дисплеем (3).

Информация о концентрации отражается на цифровом индикаторе. Если концентрация превышает установленный уровень, срабатывает сигнализация (прерывистый гудок и

сообщение на дисплее), при условии установки функции «ТРЕВОГА» («ТРЕВОГА ВКЛ») с помощью меню.

Очистка анализируемого газа от пыли производится на фильтре (4), а от мешающих компонентов в фильтре, встроенном в ячейку.

Работой газоанализатора руководит процессорный модуль.

Газоанализатор питается от встроенного NiCd аккумулятора 9,6 В (7).

В стационарных условиях питание газоанализатора может осуществляться от зарядного устройства. При этом, если включена подсветка, происходит подзарядка аккумуляторов в приборе.

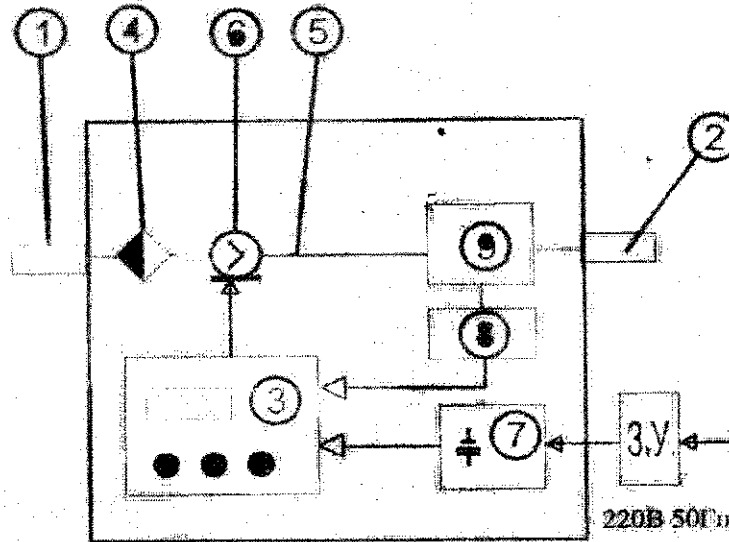


Рис. 5. Блок-схема газоанализатора: 1- штуцер «Вход газа»; 2- штуцер «Выход газа»; 3- процессорный модуль; 4- фильтр; 5- тройник; 6- насос; 7- аккумуляторная батарея; 8 – потенциостат; 9- электрохимическая ячейка; ЗУ – зарядное устройство.

Описание лабораторной установки

Лабораторная установка (рис. 6) представляет собой герметичную камеру 1, моделирующую производственное помещение, в которую через отверстие 2 подается определяемое вещество, создавая тем самым в камере некоторую концентрацию загрязнителя. На крышке воздушной камеры установлены воздухозаборное устройство 3, к которому присоединена набитая вручную индикаторная трубка 4 с установленной измерительной шкалой 5, фильтрующий патрон 6. Свободный конец фильтрующего патрона помещен в отверстие крышки для улавливания веществ, мешающих определению исследуемого вещества. Также на крышке камеры находится воздухозаборное устройство 7, к которому присоединена готовая индикаторная трубка 8.

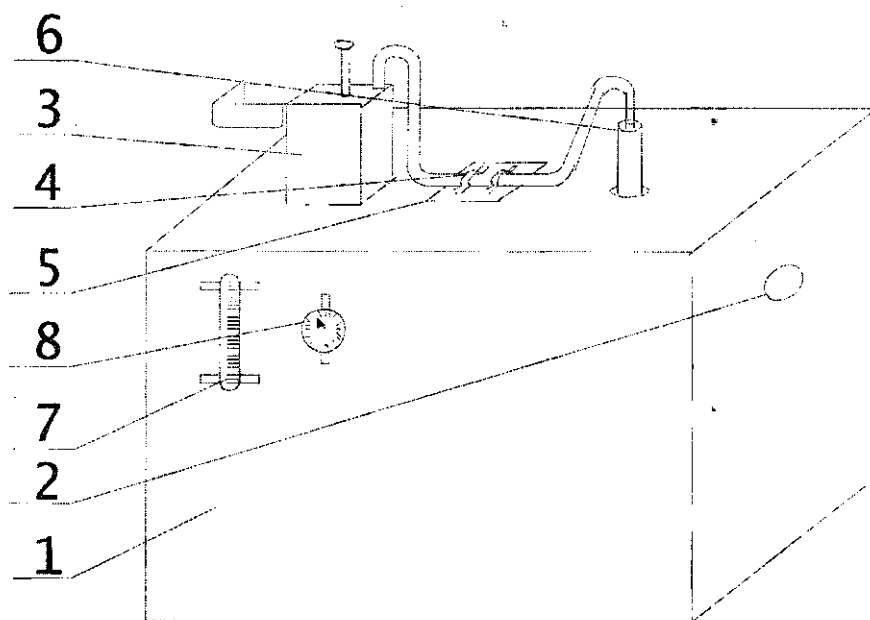


Рис. 6. Схема лабораторной установки: 1 – камера; 2 – отверстие для ввода определяемого газа; 3, 7 – воздухозаборное устройство; 4, 8 – индикаторная трубка; 5 – измерительная шкала; 6 – фильтрующий патрон; 9 – термометр; 10 – барометр

Порядок выполнения работы

1. Подготовить к работе индикаторные трубки и фильтрующие патроны.

2. Проверить герметичность воздухозаборных устройств 3, 7 (рис.1) следующим образом: сжать сильфон штоком до верхнего отверстия на объеме 400 см^3 , и зафиксировать положение; отвести фиксатор и после первоначального рывка отпустить – устройство герметично, если в течение 10 ± 2 мин не наблюдается заметного перемещения штока.

3. На крышке камеры закрепить измерительную шкалу для определяемого вещества. В соответствии с табл.1 определить объем просасываемого воздухозаборным устройством воздуха.

4. Осуществить подачу в воздушную камеру загрязняющие вещества. Если, определяется содержание окислов азота или диоксида серы, вставить выходную трубку прибора для получения газа в боковое отверстие и смешать соответствующие компоненты для получения определяемого газа (для получения окислов азота проводят реакцию меди и азотной кислоты). Если определяется содержание окиси углерода, вставить в боковое отверстие тлеющую сигарету на 30 с.

5. Отвести фиксатор воздухозаборного устройства 3, и вставить шток в направляющую втулку так, чтобы наконечник фиксатора скользил по канавке штока, над которой указан просасываемый объем воздуха. Давлением руки на головку штока сжимать сильфон до тех пор, пока конец фиксатора попадет в верхнее углубление в канавке штока.

Проделать те же операции, используя воздухозаборное устройство 7, принимая во внимание, что в данном случае объем просасываемого воздуха может отличаться.

6. Соединить индикаторную набитую вручную 4 с воздухозаборным устройством 3 так, чтобы нижняя граница индикаторного порошка в трубке располагалась над нулевой отметкой измерительной шкалы. Другой конец трубки соединить с фильтрующим патроном, который поместить в воздушную камеру.

Одновременно соединить индикаторную трубку 8 с воздухозаборным устройством 7 в соответствии с направлением

движения протягиваемого через нее воздуха, указанном на корпусе индикаторной трубки.

7. Надавливая одной рукой на головку штока воздухозаборного устройства 3, другой отвести фиксатор. Как только шток начнет двигаться, фиксатор отпустить и включить секундомер. Когда фиксатор войдет в нижнее углубление канавки штока, послышится щелчок, но просасывание воздуха еще продолжается. Общее время просасывания воздуха должно соответствовать приведенному в табл.1.

Одновременно произвести измерения с помощью индикаторной трубки 8.

8. Осуществлять отбор воздуха в газоанализатор ЭЛАН, снять показания и занести их в таблицу 7.

9. По значению, указанному на измерительной шкале, совпадающей с верхней границей окрашенного столбика порошка, определить концентрацию определяемого газа C_{01} в мг/м^3 (в случае использования индикаторной трубки 4).

При применении индикаторной трубки 8 интенсивность полученной окраски соответствует концентрации вредного вещества в %, приведенной на градуировочной шкале. Пересчитать концентрацию газа, выраженную в % в мг/м^3 :

$$C_{02} = 446 \cdot a \cdot M,$$

где a - концентрация газа, выраженная в %, M - молярная масса определяемого вещества.

10. Снять показания термометра и барометра и занести их в таблицу полученных результатов (табл.7).

10. Поскольку в реальных условиях ведения того или иного производственного процесса могут иметь место значительные колебания внешних условий, то в таких случаях для отслеживания изменений концентраций в течение рабочего времени необходимо привести полученные значения концентрации (C_{01} и C_{02}) к нормальным условиям.

$$C = C_0 \cdot \frac{273+t}{273} \cdot \frac{101,3}{p},$$

где t – температура воздуха в камере, $^{\circ}\text{C}$; p – атмосферное давление в камере, кПа, (при нормальных условиях 101,3 кПа),

Таблица 7

Таблица результатов

Определяемое вещество	Условия проведения эксперимента		Концентрация определяемого вещества, $\text{мг}/\text{м}^3$		Концентрация определяемого вещества, приведенная к нормальным условиям, $\text{мг}/\text{м}^3$	
	Температура, $^{\circ}\text{C}$	Давление, кПа	C_{01}	C_{02}	C_1	C_2

11. Сопоставить концентрации газа C_1 и C_2 между собой и сравнить их с ПДК (табл. 8). Сделать вывод.

Таблица 8

Предельно-допустимые концентрации вредных веществ в воздухе рабочей зоны

№ п/п	Наименование вещества	Формула	Величина ПДК ($\text{мг}/\text{м}^3$)	Агрегатное состояние в воздухе	Класс опасности	Особенности действия на организм
1	Азота оксиды (в пересчете на NO_2)		5	п	3	О
2	Углерод оксид	CO	20	п	4	О
3	Сера диоксид ⁺	SO ₂	10	п	3	

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Понятие ПДК.
2. Методы определения вредных веществ в воздухе.
3. Сущность колориметрического метода определения вредных веществ в воздухе.
4. Особенности линейно-колориметрического метода.
5. Назначение фильтра, устанавливаемого перед индикаторными трубками.
6. Устройство и принцип работы газоанализатора УГ-2.
7. Назначение и основные характеристики газоанализатора АНККАТ-7664М-09.
8. Приведение газа к нормальным условиям.

Список рекомендуемой литературы

1. Руководство по контролю вредных веществ в воздухе рабочей зоны: Справ. изд. / С.И.Муравьева, М.И.Буковский, Е.К.Прохорова и др. М.: Химия, 1991.
2. Перегуд Е.А., Горелик Д.О. Инструментальные методы контроля загрязнения атмосферы. Л.: Химия, 1981
3. Перегуд Е.А., Горелик Д.О. Инструментальные методы контроля загрязнения атмосферы. – Л.: Химия, 1981.
4. Газоанализатор ЭЛАН. Руководство по эксплуатации ЭКИТ 5.940.000 РЭ. М., 2012.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное
учреждение высшего профессионального образования
«Юго–Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

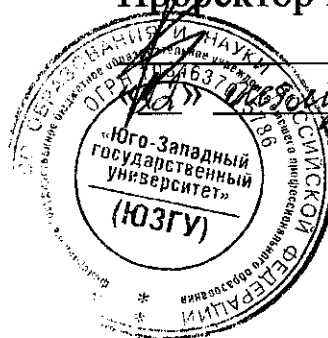
Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Проректор по учебной работе

О.Г. Локтионова

2014 г.



Деловая игра: "Контроль вредных факторов рабочих мест производственных помещений"

Методические указания к проведению деловой игры по
дисциплинам «Контроль среды обитания», «Метрология
экологического контроля», «Методы и приборы контроля окружающей
среды и экологический мониторинг» для студентов очной и заочной
формы обучения направлений 280700.62, 280700.68

Курск 2014

УДК 331.45

Составители: А.Н. Барков, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *В.В. Юшин*

Деловая игра "Контроль вредных факторов рабочих мест производственных помещений": методические указания к проведению деловой игры по дисциплинам «Контроль среды обитания», «Метрология экологического контроля», «Методы и приборы контроля окружающей среды и экологический мониторинг» / Юго–Зап. гос. ун–т; сост.: А.Н. Барков, В.В. Протасов. Курск, 2014. 8 с.: Библиогр.: с. 6.

Излагаются методические рекомендации по проведению деловой игры "Контроль вредных факторов рабочих мест производственных помещений".

Предназначены для студентов очной и заочной формы обучения направлений 280700.62 "Техносферная безопасность", 280700. 68 "Техносферная безопасность".

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *23.10.14* Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. *0,5* . Уч.–изд.л. *04* . Тираж 50 экз. Заказ *409* . Бесплатно.

Юго–Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94.

Цель деловой игры: повысить активность обучаемых и их уровень самостоятельности в обучении; обеспечить более глубокое усвоение материалов связанных с производственным контролем; расширить круг изучаемых вопросов за счет лаконичности и наглядности преподавания; обеспечить индивидуализацию обучения.

Общие положения

Производственный контроль за соблюдением санитарных правил и выполнением санитарно–противоэпидемических (профилактических) мероприятий (далее – производственный контроль) проводится юридическими лицами и индивидуальными предпринимателями в соответствии с осуществляемой ими деятельностью, по обеспечению контроля за соблюдением санитарных правил и гигиенических нормативов, выполнением санитарно–противоэпидемических (профилактических) мероприятий.

Целью производственного контроля является обеспечение безопасности и (или) безвредности для человека и среды обитания вредного влияния объектов производственного контроля путем должного выполнения санитарных правил, санитарно–противоэпидемических (профилактических) мероприятий, организации и осуществления контроля за их соблюдением.

Объектами производственного контроля являются производственные, общественные помещения, здания, сооружения, санитарно–защитные зоны, зоны санитарной охраны, оборудование, транспорт, технологическое оборудование, технологические процессы, рабочие места, используемые для выполнения работ, оказания услуг.

Производственный контроль включает:

а) наличие официально изданных санитарных правил, методов и методик контроля факторов среды обитания в соответствии с осуществляемой деятельностью;

б) осуществление (организацию) лабораторных исследований и испытаний на границе санитарно–защитной зоны и в зоне влияния предприятия, на территории (производственной площадке), на рабочих местах с целью оценки влияния производства на среду обитания человека и его здоровье.

1.1 этап – постановка проблема и структура деловой игры

Основной задачей производственного контроля является выявление несоответствия факторов трудового процесса нормативным значениям.

В ходе проведения деловой игры студентам предлагается рассмотреть и оценить физические факторы представленного помещения.

Преподаватель в процессе обсуждения со студентами выделяет основные проблемные участки помещения, которые требуют инструментального контроля неблагоприятных факторов. Студенты должны четко представить себе проблему и соотнести ее с поставленной целью.

Для оптимальной организации учебного процесса преподаватель устанавливает для каждого студента:

- категорию;
- отраслевую принадлежность;
- формирует группы.

Данная технология обучения позволяет проводить занятия с несколькими целевыми группами.

На этом этапе студенты вникают в поставленную проблему, пытаются понять ее, вырабатывают навыки к анализу ситуации и проявляют способности личности.

2. 2 этап – организация самостоятельной работы студентов при проведении производственного контроля

На втором этапе преподаватель разбивает группу студентов на различные категории (группы):

1) **экспертная группа** – в эту группу входят студенты, которые будут выступать экспертами при проведении инструментального контроля факторов и проверять соответствие составленного протокола производственного контроля нормативным документам. Эксперты могут вмешиваться в процесс инструментального замера фактора, при выявлении не соответствия процесса проведения контроля методическим рекомендациям. После контроля инструментального замера экспертная группа проверяет правильность составления протокола замеров и при необходимости вносит свои корректировки;

2) **рабочая группа** – в эту группу входят студенты, которые будут непосредственно выполнять необходимый инструментальный замер вредных факторов, которые были выбраны на первом этапе выполнения работы. Рабочих групп может быть несколько в зависимости от количества выбранных вредных производственных факторов производственного помещения. В ходе проведения замеров и вынесения заключения и рекомендаций по устранению не соответствия измеренных параметров нормативным значениям, рабочая группа может пользоваться методическими рекомендациями к проведению инструментальных замеров, представленных в библиографическом списке и знаниями, приобретенными в ходе изучения специальной литературы и полученных в процессе изучения дисциплины "Контроль среды обитания".

3. 3 этап – выполнение поставленной задачи

В ходе выполнения инструментальных замеров рабочие группы должны четко следовать поставленной задаче и руководствоваться методическими рекомендациями предоставленными преподавателем, а так же выполнять указания экспертов.

Экспертная группа должна контролировать процесс выполнения измерений и при необходимости своевременно вносить корректирующие изменения.

Преподаватель на третьем этапе проведения деловой игры не вмешивается в происходящий процесс, за исключением чрезвычайных случаев.

4. 4 этап – межгрупповая дискуссия и обсуждение результатов

После проведения рабочими группами инструментальных замеров определенных производственных факторов (микроклимат, освещенность, шум, электромагнитные поля и излучения), члены группы, переходят к составлению протокола производственного контроля на основании примеров представленных в методиках выданных преподавателем. Протокол производственного контроля должен заканчиваться вынесением гигиенического заключения по рассматриваемым факторам и предложением мероприятий направленных на оптимизацию выявленных факторов. Заключение принимаются в ходе межгрупповой дискуссии и обсуждения

результатов замеров. Может быть предложено несколько различных вариантов заключений, среди которых группа выбирает наиболее оптимальный и передает на проверку экспертной группе.

Экспертная группа должна внимательно ознакомиться с результатами измерений и при необходимости обоснованно дополнить протоколы производственного контроля в ходе группового обсуждения проблемы.

Далее экспертная группа и рабочие группы зачитывают варианты разрешения рассматриваемой проблемы и совместно с преподавателем управляющим дискуссией при помощи наводящих вопросов стараются привести к правильному решению проблемы. Преподавателю запрещено на этом этапе высказывать свою точку зрения, связанную с анализом ситуации и проблемы. В итоге эксперты и рабочие группы должны прийти к единому обоснованному решению, которое позволит оптимизировать факторы не соответствующие установленным нормативным значениям, при этом группы должны учитывать экономическую целесообразность проведения мероприятий.

В результате коллективного обсуждения используется практический опыт, уточняются позиции, вырабатываются выводы или решения путем соглашения. Возможно существование отдельной точки зрения кого-либо из участников обсуждения.

5. 5 этап – подведение итогов. Оценка результативности проведения деловой игры

На последнем этапе проведения деловой игры эксперты должны оценить по 100 бальной шкале рабочие группы, при этом эксперты должны мотивировать свое решение указав на ошибки при проведении инструментальных замеров, составлении протокола производственного контроля и решения по выявленной проблеме.

Преподаватель в свою очередь оценивает работу экспертной группы и может вносить корректировки в итоговую оценку рабочих групп.

Библиографический список

1. Безопасность жизнедеятельности: Учебник для студ. вуз. / сост. Графкина М. В., Нюнин Б. Н., Михайлов В. А. – ИНФРА–М, ФОРУМ, 2013. – 416 с.

2. Контроль и оценка микроклимата производственных помещений: [Электронный ресурс]: методические указания к выполнению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В.Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. – Курск: ЮЗГУ, 2014. – 22 с.: ил.1, табл. 10, прилож. 2. – Библиогр.: с. 18.

3. Исследование устройства и принципа действия прибора для измерения параметров микроклимата производственных помещений МЭС–200А: [Электронный ресурс] методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. Курск, 2014. 17 с.: ил. 4, табл. 2, прилож. 1. – Библиогр.: с. 15.

4. Инструментальный контроль освещения рабочих мест: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. Курск, 2014. 19 с.: ил. 1, табл. 4, прилож. 1.– Библиогр.: с. 16.

5. Исследование устройства и принципа действия прибора для измерения параметров освещения производственных помещений ТКА–ПКА 08: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. Курск, 2014. 9 с.: ил. 1, табл. 1, прилож. 1. – Библиогр.: с. 7.

6. Инструментальный контроль уровня шума: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. Курск, 2014. 18 с.: ил. 1, табл. 1, прилож. 1. – Библиогр.: с. 14.

7. Инструментальный контроль производственных вибраций: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В. Протасов. Курск, 2014. 17 с.: ил. 1, табл. 3, прилож. 4. – Библиогр.: с. 12.

8. Исследование устройства и принципа действия прибора ОКТАВА–110А: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В.Шульга, В.В. Юшин, В.В. Протасов. Курск, 2014. 36 с.: ил. 1, табл. 11. – Библиогр.: с. 36.

9. Инструментальный контроль электрических и магнитных полей промышленной частоты (50 Гц): [Электронный ресурс]:

методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В. Протасов. Курск, 2014. 18 с.: ил. 1, прилож. 4. – Библиогр.: с. 13.

10. Исследование устройства и принципа действия прибора ПЗ-60: [Электронный ресурс]: методические указания к проведению лабораторной работы / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: А.Н. Барков, Л.В. Шульга, В.В. Юшин, В.В.Протасов. Курск, 2014. 15 с.: ил. 12, табл.– Библиогр.: с. 15.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды

УТВЕРЖДАЮ

Первый проректор

по учебной работе

А. Кудряшов

2012 г.



**ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ОРГАНИЧЕСКОГО
ВЕЩЕСТВА В ПОЧВЕ**

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Экология», «Информационная экология», «Экология
Курского края» для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: В.А. Жидеева, В.В. Юшин, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *Г.П. Тимофеев*

Определение содержания органического вещества в почве: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Информационная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.А. Жидеева, В.В. Юшин, В.В. Протасов. Курск, 2012. 11 с.: табл. 4. Библиогр.: с. 10.

В работе даны основные понятия об органической части почвы и описание наиболее распространенного метода определения содержания органического вещества.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Экология», «Информационная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *11.03.* Формат 60x84 1/16.

Усл. печ. л. 0,64. Уч.-изд.л. 0,58. Тираж 50 экз. Заказ *494*. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

Цель занятия: ознакомиться с составом органического вещества почв, изучить методы определения количества гумуса в почвах, научиться самостоятельно, определять содержание гумуса в образцах почв.

Общие положения

Органическое вещество является обязательным компонентом почвы. Органическая часть почвы состоит из органических остатков (корешков и наземного опада) и гумуса. Источником гумуса являются органические остатки высших растений, микроорганизмов и животных, обитающих в почве. Превращение органических остатков в гумус совершается в почве при участии микроорганизмов, животных, кислорода воздуха и воды. Остатки зеленых растений, попадающие в почву или находящиеся на ее поверхности, разлагаются микроорганизмами и используются ими как источник энергии и питания. В процессе разложения эти остатки теряют анатомическое строение, а составляющие их вещества переходят в более подвижные и простые соединения. Часть этих соединений полностью минерализуется микроорганизмами, и продукты распада усваиваются новыми поколениями зелёных растений, часть продуктов разложения используется гетеротрофными микроорганизмами для синтеза вторичных белков, жиров, углеводов и других веществ, образующих плазму новых поколений микроорганизмов, и в дальнейшем вновь разлагается. И, наконец, некоторая часть промежуточных продуктов разложения превращается в специфические сложные высокомолекулярные вещества - *гумусовые кислоты*. Этот процесс называется *гумификацией*, его агентами являются кислород воздуха, вода, ферменты микроорганизмов.

Гумусовые кислоты вступают во взаимодействие с зольными элементами растительных остатков, освобождающимися в процессе минерализации последних, а также с минеральной частью почвы, образуя ряд органо-минеральных производных. При этом единая система постепенно расщепляется на несколько фракций, различных по степени растворимости и деталям строения молекулы. Менее дисперсная часть системы, образующая нерастворимые в воде соли с кальцием и полуторными оксидами, формируется как группа *гуминовых кислот*. Более дисперсная фракция, дающая более растворимые соли, образует *фульвокислоты*. В почвах повышенного увлажнения образуется больше фульвокислот из-за интенсивного гидролитического расщепления всей сме темы гумусовых кислот. Гумификация

развивается не только в почвах, но и на дне водоемов, в компостах, при формировании торфа, угля, т.е. везде, где накапливаются растительные остатки и создаются условия, благоприятные для жизнедеятельности микроорганизмов и развития этого процесса, очень широко распространенного в природе.

Гумусом называют сложный динамический комплекс органических соединений, образующихся при разложении и гумификации органических остатков. Содержание гумуса в почвах определяется условиями и характером почвообразовательного процесса, оно колеблется в верхних горизонтах от 1-2 до 12-15 %, резко или постепенно уменьшаясь с глубиной. Гумус содержит две группы соединений:

- негумусовые вещества органических остатков и промежуточных продуктов их разложения;
- гумусовые вещества.

Негумусовых веществ в гумусе обычно не более 10-15 %. Эта группа соединений представлена белками, углеводами, лигнином, липидами, смолами, дубильными веществами и разнообразными продуктами их частичного разложения.

Гумусовые вещества представляют собой систему высокомолекулярных азотсодержащих органических соединений циклического строения и кислотной природы, которая предопределяет их взаимодействие с минеральной частью почвы и возможность прочного закрепления в ней. Характерная особенность системы гумусовых веществ - ее гетерогенность, т.е. наличие в ней различных по стадии гумификации компонентов. В почве выделяют три основные формы гумусовых веществ:

1) свободные гумусовые кислоты

- гуминовые кислоты, темноокрашенные, накапливающиеся на месте своего образования;
- фульвокислоты, окрашенные в желтый или бурый цвет, более подвижные и относительно легко передвигающиеся по профилю почвы;

2) гетерополярные соли гумусовых кислот (гуматы и фульваты сильных оснований)

3) комплексно-гетерополярные соли гумусовых кислот (алюмо- и железогумусовые соли).

Гуминовые кислоты - высокомолекулярные азотсодержащие органические кислоты циклического строения. Они хорошо растворяются в слабых растворах едких и углекислых щелочей,

пирофосфата натрия, щавелевокислого натрия с образованием растворимых солей, называемых гуматами. В зависимости от концентрации и типа почвы растворы гуматов имеют вишнево-коричневую или черную окраску. Гуминовые кислоты состоят из углерода (52 - 62 %), водорода (2,8 - 5,8 %), кислорода (31-39 %), азота (1,7 - 5 %). Кислотная природа этих соединений обусловлена рядом кислых функциональных групп, главнейшими из которых являются карбоксильные (COOH) и фенолгидроксильные (-OH), водород которых может замещаться катионами оснований. Молекулярная масса молекул гуминовых кислот колеблется от 4000-6000 до 50000-100000; Основная масса гуминовых кислот в любой почве с pH более 5 находится в виде нерастворимых в воде органо-минеральных производных, а в почвах с кислой реакцией (pH менее 5) - в форме дегидратированных гелей и частично растворяются при действии щелочных растворов.

Фульвокислоты высокомолекулярные азотсодержащие органические кислоты. Они растворимы в воде, кислотах, слабых растворах едких и углекислых щелочей, пирофосфата натрия с образованием растворимых солей - фульватов. Выделенные из почвы препараты фульвокислот окрашены в светло-бурый цвет, а растворы их в зависимости от концентрации имеют окраску от соломенно-желтой до оранжевой. Фульвокислоты состоят из углерода (40 - 52 %), водорода (4 - 6 %), кислорода (42-52 %), азота (2 - 6 %). Кислотная природа фульвокислот обусловлена карбоксильными и фенолгидроксильными группами, водород которых способен к обменным реакциям. Водные растворы фульвокислот сильнокислые (pH 2,6 - 2,8). Молекулярная масса молекул, фульвокислот колеблется от 200-300 до 30000-50000 Фульвокислоты благодаря сильнокислой реакции и хорошей растворимости в воде энергично разрушают минеральную часть почвы, что способствует процессу почвообразования.

В тех почках, где образуется много гуминовых кислот, которые обычно накапливаются на месте своего образования, формируется хорошо выраженный гумусовый горизонт той или иной мощности (от 5-20 до 50-70 см) с высокой поглотительной способностью катионов. Если почва богата кальцием, гуминовые кислоты образуют соли - гуматы кальция, участвующие в создании водопрочной и пористой зернистой структуры. Эти почвы имеют наиболее благоприятные водно-воздушные свойства и хороший питательный режим. Отношение гуминовых кислот к фульвокислотам здесь всегда больше 1 (например, чернозёмы).

Если в составе гумуса много фульвокислот, что характерно для почв с постоянно или временно избыточным увлажнением, эти почвы легко обедняются кальцием, магнием, калием и другими основаниями, так как фульвокислоты образуют с ними растворимые соли, мигрирующие вниз по профилю с просачивающейся влагой. Реакция почвы становится кислой, начинается разрушение силикатов. Отношение гуминовых кислот к фульвокислотам в таких почвах значительно меньше 1 (например, подзолистые почвы, краснозёмы)

В гумусе накапливаются и долго сохраняются все основные элементы питания растений и микроорганизмов. При использовании почв в сельскохозяйственном производстве необходимо регулировать как количество гумуса в них; так и изменять, если это необходимо, его состав.

С содержанием и составом гумуса тесно связаны морфологические признаки, физические и химические свойства почвы окраска, структурное состояние, водоудерживающая способность, теплоёмкость и теплопроводность. В гумусовом горизонте около 90 % азота находится в форме органических соединений, такими же формами часто представлена большая часть фосфора, серы, микроэлементов.

Важна роль гумуса в создании и почве буферности по отношению к влиянию на неё различных факторов и особенно кислотности почвы. Почвы с высоким содержанием гумуса обладают высокой емкостью поглощения. Высокая емкость и слабокислые свойства гумусовых кислот способствуют увеличению буферности почвы по отношению к кислотно-основным факторам воздействия на почву, особенно это важно при интенсивной химизации сельского хозяйства, т.е. при применении высоких доз физиологически кислых минеральных удобрений. Гумусовые вещества связывают и переводят неактивное состояние многие элементы, оказывающие токсическое воздействие на рост растений и ухудшающие их качество. К таким элементам относятся тяжёлые металлы, поступающие в почву при техногенных загрязнениях.

Методы определения содержания органического вещества в почвах.

В настоящее время существует несколько методов определения органического углерода в почве.

1. Метод сухого сжигания (озоления) органического углерода, разработанный Г.Г. Густавсоном. В настоящее время этот метод применяется с использованием усовершенствованных приборов – ГОУ

и ГОУ-1.

2. Методы мокрого сжигания органических веществ почвы - метод Тюрина и метод Кюпа-Сабинина. В основе этих методов лежит окисление органических веществ хромовой кислотой полнота окисления по методу Тюрина составляет 85-90 % величины сухого сжигания, основным недостатком метода Тюрина является нестабильность температуры при окислении органического вещества, проводимого нагреванием на электроплитках. Б.А.Никитин (1972) предложил сжигать гумус в сушильном шкафу при температуре 150° в течение 20 мин с момента достижения температуры, что повысило воспроизводимость результатов и точность метода, однако и модификация Никитина не позволяет получать достаточно воспроизводимые результаты, так как время нагрева до температуры 150° у колб разное и зависит от интенсивности нагрева, за это время происходит окисление углерода и разложение реактива. З.П. Антонова, В.Д. Скалабян и Л.Г. Сучилкина (1984) предложили окисление органического вещества проводить при температуре 20 в течение 24 часов. Эта модификация окисления органического вещества даёт хорошо воспроизводимые результаты.

Практика показала, что для получения более точных результатов повторных определений лучше поступать следующим образом: окисление органического вещества проводить по Тюрину, сжигание органического вещества - по Антиповой, Скалабян, Сучилкиной с одновременным использованием фотоэлектроколориметрического определения по Орлову и Гриндель.

Определение органического вещества по методу Тюрина в модификации ЦИНАО (ГОСТ 26213-91. Почвы. Методы определения органического вещества).

Метод основан на окислении органического вещества раствором двуххромовокислого калия в серной кислоте у последующем определении трехвалентного хрома, эквивалентного содержанию органического вещества, на фотоэлектроколориметре.

Подготовка пробы почвы. Из размолотой почвы отбирают представительную пробу массой 3-5 г для тонкого измельчения, перед измельчением из пробы удаляют пинцетом видимые невооружённым глазом неразложившиеся корни и растительные остатки. Затем пробу полностью измельчают и пропускают через сито с отверстиями диаметром 0,25 мм для тонкого измельчения используют ступки и измельчительные устройства из фарфора, стали и других твёрдых

материалов.

Подготовка к анализу.

1. Приготовление хромовой смеси. 40,0 ($\pm 0,1$) г тонкоизмельченного двуххромовокислого калия помещают в мерную колбу вместимостью 1 дм³, растворяют в воде, доводя объём до метки, и переливают в фарфоровую кружку. К приготовленному раствору прилипают порциями по 100 см³ и интервалом в 10-15 мин 1 дм³ серной кислоты, кружку с раствором накрывают стеклом и оставляют до полного охлаждения. Раствор хранят в склянке из тёмного стекла.

2. Приготовление раствора восстановителя - раствора соли Мора концентрации 0,1 моль/дм³. 40,0 ($\pm 0,1$) г соли Мора растворяют в 700 см³ раствора серной кислоты концентрации 1 моль/дм³, фильтруют через двойной складчатый фильтр в мерную колбу вместимостью 1 дм³ и доводят объём до метки водой. Концентрацию раствора проверяют титрованием по раствору марганцевокислого калия концентрации 0,1 моль/дм³, приготовленного из стандарт-титра. Для титрования в три конические колбы отмеривают с помощью бюретки по 10 см³ приготовленного раствора восстановителя, приливают по 1 см³ концентрированной серной кислоты, 50 см³ воды и титруют раствором марганцевокислого калия до появления слабо-розовой окраски, не исчезающей в течение 1 мин. Для вычисления коэффициента поправки используют среднее арифметическое значение результатов трёх титрований. Коэффициент поправки (К) вычисляют по уравнению

$$K = V_1/V,$$

где V_1 - объём раствора марганцевокислого калия, израсходованный на титрование, см³;

V - объём раствора восстановителя, отобранный для титрования, см³. Раствор хранят в бутылки из тёмного стекла. Коэффициент поправки проверяют не реже чем через 3 дня.

Проведение анализа.

1. Окисление органического вещества. Массу пробы почвы для анализа определяют, исходя из предполагаемого содержания органического вещества, по табл.1. Пробы почвы взвешивают с погрешностью не более 1 мг и помещают в пробирки, установленные в штативы. К пробам приливают по 10 см³ хромовой смеси. В каждую пробирку помещают стеклянную палочку и тщательно перемешивают пробу с хромовой смесью. Затем штативы с пробирками опускают в кипящую водяную баню. Уровень воды в бане должен быть на 2-3 см выше уровня хромовой смеси в пробирках, продолжительность

нагревания суспензий - 1ч с момента закипания воды в бане после погружения а - нее пробирок. Содержимое пробирок перемешивают стеклянными палочками через каждые 20 мин. По истечении 1 ч штативы с пробирками помещают в водяную баню с холодной водой. После охлаждения в пробирки приливают по 40 см³ воды. Затем из пробирок вынимают палочки, тщательно перемешивают суспензии барботацией воздуха и оставляют для оседания твёрдых частиц и полного осветления надосадочной части раствора. Вместо отстаивания допускается проводить фильтрование суспензий через беззольные фильтры (синяя лента).

Таблица 1

Массовая доля органического вещества	Масса пробы для анализа, мг
до 2	500-700
2-4	250-350
4-7	100-200
Свыше 7	50-100

2. Приготовление растворов сравнения. В девять пробирок наливают по 10 см³ хромовой смеси и нагревают их в течение 1 ч в кипящей водяной бане вместе с анализируемыми пробами. После охлаждения в пробирки приливают указанные в табл.2 объёмы дистиллированной воды и раствора восстановителя. Растворы тщательно перемешивают барботацией воздуха.

Таблица 2

Характеристика раствора	Номер раствора сравнения								
	1	2	3	4	5	6	7	8	9
Объём воды, см ³	40	38	36	32	30	25	20	15	10
Объём раствора восстановителя, см ³	6	2	4	8	10	15	20	25	30
Масса органического вещества, эквивалентная объёму восстановителя в растворе сравнения, мг	0	1,03	2,07	4,14	5,17	7,76	10,3	12,9	15,5

3. Фотометрирование растворов. Фотометрирование растворов проводят в кювете с толщиной просвечиваемого слоя 1-2 см относительно раствора сравнения № 1 при длине волны 590 им или

используя оранжево-красный светофильтр с максимумом пропускания в области 560-600 нм. Растворы в кювету фотоэлектроколориметра переносят осторожно, не взмучивая осадка.

Обработка результатов. Массу органического вещества в анализируемой пробе находят по градуировочному графику. При построении градуировочного графика по оси абсцисс откладывают массу органического вещества в миллиграммах, соответствующую объёму восстановителя в растворе сравнения, а по оси ординат - соответствующее показание прибора. Массовую долю органического вещества (X) в процентах вычисляют по уравнению

$$X = 100 m K / m_1$$

где m - масса органического вещества в анализируемой пробе, найденная по графику, мг; K - коэффициент поправки концентрации восстановителя; m₁ - масса пробы, мг; 100 - коэффициент пересчёта в проценты.

Допускаемые относительные отклонения от аттестованного значения стандартного образца при двусторонней доверительной вероятности P=0,95 указаны в табл.3.

Массовая доля органического вещества, %	Допускаемые отклонения, %
До 3	20
Св. 3 до 5	15
св. 5 до 15	10

Задание для практической работы:

1. Самостоятельно определить содержание гумуса в двух образцах почвы.

ОТЧЁТ по заданию должен содержать:

- 1 Теоретические основы состава органического вещества почв.
2. Таблицу с результатами анализов (таблица 4).

Таблица 4. Результаты анализа определения содержания гумуса в образцах почвы

№ варианта	№ образца почвы	Оптическая плотность	Масса органического вещества в анализируемой пробе, мг	Содержание гумуса в почве, %

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1 Дайте определение терминов «гумификация» и «гумус».

2 Назовите основные формы гумусовых веществ в почве и дайте их характеристику.

3 Дайте характеристику почв с различным соотношением в составе гумуса гуминовых кислот и фульвокислот.

4 Назовите основные методы определения органического вещества в почве.

5 Какое значение имеет содержание органического вещества в почвах?

Библиографический список

- 1 Общая экология: А.А. Степановский. М. ЮНИТИ-ДАНА, 2000. 510с.
- 2 Почвоведение. И.С. Кауричев. М. Колос, 1982. 496с.

МИНОБРНАУКИ РОССИИ

Федеральное государственное бюджетное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Юго-Западный государственный университет»
(ЮЗГУ)

Кафедра охраны труда и окружающей среды



УТВЕРЖДАЮ
Первый проректор
проректор по учебной работе
Е.А. Кудряшов
_____ 2012 г.

**ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОЧВЫ.
ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ПОЧВЫ**

Методические указания к проведению лабораторных занятий
по дисциплинам «Экология», «Информационная экология», «Экология
Курского края» для студентов всех специальностей и направлений
очной и заочной формы обучения

Курск 2012

УДК 504

Составители: В.А. Жидеева, В.В. Юшин, В.В. Протасов

Рецензент

Кандидат технических наук, доцент *Г.П. Тимофеев*

Определение механического состава почвы. Определение кислотности почвы: методические указания к проведению лабораторных занятий по дисциплинам «Экология», «Информационная экология», «Экология Курского края» / Юго-Зап. гос. ун-т; сост.: В.А. Жидеева, В.В. Юшин, В.В. Протасов. Курск, 2012. 14 с.: табл. 4. Библиогр.: с. 14.

В работе даны основные понятия о механическом составе почв и наиболее распространенные методы определения механического состава, а также описание основных форм кислотности почвы и методов определения кислотности почв водной и солевой вытяжек, широко используемых в экологической практике.

Предназначены для студентов всех специальностей и направлений очной и заочной формы обучения, изучающих дисциплины «Экология», «Информационная экология», «Экология Курского края».

Текст печатается в авторской редакции

Подписано в печать *14.03.12* Формат 60x84 1/16.Усл. печ. л. 0,81. Уч.-изд.л. 0,74. Тираж 50 экз. Заказ *496*. Бесплатно.

Юго-Западный государственный университет.

305040, г. Курск, ул. 50 лет Октября, 94

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 1. ОПРЕДЕЛЕНИЕ МЕХАНИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОЧВЫ

Цель занятия: ознакомиться с основными понятиями механического состава почв, изучить различные методы определения механического состава, научиться самостоятельно, определять механический состав образцов почвы «мокрым» методом.

Общие положения

Твердая фаза почв и почвообразующих пород состоит из частиц различной величины, которые называются *механическими элементами*. По происхождению различают минеральные, органические и органоминеральные частицы. Они представляют собой обломки горных пород, отдельные минералы (первичные и вторичные), гумусовые вещества, продукты взаимодействия органических и минеральных веществ.

Свойства механических элементов изменяются в зависимости от размера. Близкие по размеру и свойствам частицы группируются во фракции. Группировка частиц по размерам во фракции называется *классификацией механических элементов*.

По НА Качинскому выделяются 8 основных фракций (таблица 1).

Таблица 1. Основные фракции механических

№ и/п	Наименование фракции	Размер фракции, мм
1	Камни	>3
2	Гравий	3-1
3	Песок: крупный	0- 0,5
	средний	0,5 - 0,25
	мелкий	0,25 - 0,05
4	Пыль: крупная	0,05 - 0,01
	средняя	0,01 - 0,005
	мелкая	0,005 - 0,001
5	Ил: грубый	0,001 - 0,0005
	тонкий	0,0005 - 0,0001
6	Коллоиды	<0,0001
7	Физическая глина	<0,01
8	Физический песок	>0,01

Отдельные фракции по-разному влияют на свойства почв и пород. Это объясняется различным минералогическим и химическим составом фракций, их различными физическими и физико-химическими свойствами. С уменьшением размера механических элементов значительно изменяются их свойства, причём наиболее резкие

изменения свойств наблюдаются на границе 0,01 мм. Это позволило разделить все механические фракции на две большие группы: физический песок (>0,01 мм) и физическая глина (< 0,01 мм). Понятие «физический песок» и «физическая глина» утвердилось за частицами >0,01 мм и < 0,01 мм, поскольку они обладают свойствами песка или глины. Термин «физический» обозначает наличие в той или иной фракции физических свойств песка или глины, не предопределяя химического состава фракции.

Фракции механических элементов слагают почвы или породы в различных количественных соотношениях. Относительное содержание в почве или породе фракций механических элементов называется *механическим или гранулометрическим составом*.

Различные фракции механических элементов имеют неодинаковые свойства. Поэтому и почвы также будут обладать неодинаковыми свойствами в зависимости от разного содержания в них тех или иных фракций механических элементов.

Все многообразие почв по механическому составу можно объединить в несколько групп с характерными для них физическими, физико-химическими и химическими свойствами.

В основу классификации почв и пород по механическому составу положено соотношение физического песка и физической глины. Одна из первых научных классификаций была предложена Н.М.Сибирцевым. В настоящее время широко распространена более совершенная классификация механического состава почв и пород Н.А.Качинского (таблица 2.).

Эта классификация составлена с учетом генетической природы почв, способности их глинистой фракции к агрегированию, что зависит от содержания гумуса, состава обменных катионов, минералогического состава. Чем выше эта способность, тем слабее проявляются глинистые свойства при равном содержании физической глины. Поэтому степные почвы, как - более структурные, переходят в категорию более тяжелых почв при большем содержании физической глины, чем солонцы и почвы подзолистого типа.

Механический состав почв оказывает большое влияние на почвообразование и сельскохозяйственное использование почв. От механического состава почв в значительной степени зависит интенсивность многих почвообразовательных процессов, связанных с превращением перемещением и накоплением органических и минеральных соединений в почве. В результате в одних и тех же

природных условиях на породах разного механического состава формируются почвы с неодинаковыми свойствами.

Таблица 2. Классификация почв и пород по механическому составу

Краткое название по механическому составу	Содержание физической глины (<0.01мм), %			Содержание физического песка (>0,01 мм), %		
	Почвы			Почвы		
	Подзолисто-го типа почвообразование	Степного типа почвообразования	солонцы	Подзол истого типа почвообразования	Степного типа почвообразования	солонцы
Песчаная:						
рыхло-песчаная	0-5	0-5	0-5	100-95	100-95	100-95
связно-песчаная	5-10	5-10	5-10	95-90	95-90	95-90
Супесчаная (супесь)	10-20	10-20	10-15	90-80	90-80	90-85
Суглинистая, суглинок						
легкий	20-30	20-30	15-20	80-70	80-70	85-80
средний	30-40	30-45	20-30	70-60	70-55	80-70
тяжелый	40-50	45-60	30-40	60-50	55-40	70-60
Глинистая, глина						
легкая	50-65	60-75	40-50	50-35	40-25	60-50
средняя	65-80	75-85	50-65	30-20	25-15	50-35
тяжелая	>80	>85	>65	<20	<15	<35

Механический состав оказывает существенное влияние на водно-физические, физико-механические, воздушные, тепловые свойства, окислительно-восстановительные условия, поглотительную способность, накопление в почве гумуса, зольных элементов и азота.

В зависимости от механического состава почв меняются условия обработки, сроки полевых работ, нормы удобрений, размещение сельскохозяйственных культур.

Почвы песчаные и супесчаные легко поддаются обработке, поэтому издавна их называют легкими, обладают хорошей водопроницаемостью и благоприятным воздушным режимом, быстро прогреваются. Однако они имеют ряд отрицательных свойств, и прежде всего низкую влагостойкость. Поэтому на песчаных и супесчаных

почвах даже во влажных районах растения страдают от недостатка влаги. Легкие почвы бедны гумусом и элементами питания растений, обладают незначительной поглотительной способностью, наиболее подвержены ветровой эрозии.

Тяжелосуглинистые и глинистые почвы отличаются более высокой связностью и влагоемкостью, лучше обеспечены питательными веществами, богаче гумусом. Обработка этих почв требует больших энергетических затрат, поэтому их принято называть тяжелыми.

Тяжелые бесструктурные почвы обладают неблагоприятными физическими и физико-механическими свойствами. Они имеют слабую водопроницаемость, легко заплывают, образуют корку, отличаются большой плотностью, липкостью, часто неблагоприятными воздушным и тепловым режимами. Такие почвы, так же как песчаные и супесчаные, неудобны для сельскохозяйственного использования. Лучшим комплексом свойств из бесструктурных и слабооструктуренных почв обладают среднесуглинистые почвы.

В степных районах, где распространены черноземы с благоприятной структурой, более ценны по механическому составу тяжелые почвы - тяжело-суглинистые и глинистые, способные создавать хороший запас влаги.

В северных районах нечерноземной зоны с достаточным или избыточным увлажнением, лучшими являются легкосуглинистые почвы

Механический состав почвы является довольно устойчивым признаком, унаследованным от почвообразующей породы. Правильное использование почвы улучшает ее свойства. Коренное улучшение свойств бесструктурных песчаных почв возможно путем глинования, а глинистых - пескования на фоне применения высоких норм органических удобрений.

Методы определения механического (гранулометрического) состава.

Механические элементы, особенно мелкие, в свободном состоянии встречаются только в почвах песчаных, в суглинистых и глинистых они соединены, в микроагрегаты и структурные комочки. Поэтому перед определением механического состава почвы ее необходимо специально подготовить. Основная задача подготовки почвы - расчленить агрегаты почвы на составляющие их первичные элементы или частицы. Это можно осуществить двумя методами - механическим (физическими) и

химическим.

При механическом методе почвенные агрегаты разрушают растиранием сухой и влажной почвы, кипячением почвенной суспензии и взбалтыванием. При химическом методе для дезагрегации почвы применяют ряд химических реагентов - кислоты и солевые растворы различных концентраций совместно с механическим способом. Например, при наиболее часто используемом кислотно-щелочном методе Качинского почву готовят следующим образом: обрабатывают 0,05 М раствором HCl, затем промывают водой для удаления хлора, потом переносят в колбу, добавляют воду и 1 М раствор NaOH, в течение двух часов взбалтывают через каждые 15 минут, затем суспензию кипятят в течение одного часа. После этого в подготовленном образце почвы можно определять механический состав.

Для определения механического состава почв и фунтов существует несколько методов:

- электрическая гранулометрия;
- гидравлическая гранулометрия;
- ареометрический метод;
- автоматический гранулометрический анализ на седиграфе;
- метод пипетки (определение гранулометрического состава по средней пробе в стоячей воде);
- определение гранулометрического состава визуально и наощупь («мокрый» метод) и др.

Электрическая гранулометрия. Электрическое сопротивление в гетерогенных системах твердая фаза-жидкость изменяется от концентрации твердого вещества. На этом принципе основана работа гранулометров. Эти приборы оснащены автоматикой и привлекают быстротой процесса анализа.

Гидравлическая гранулометрия. Этот метод предполагает приготовление водной суспензии, при этом диаметр частиц определяется в зависимости от скорости падения в стоячей воде или вымывания их из образца струей различной скорости.

Ареометрический метод механического анализа предложен Г. Боукоксом в 1927 г. метод основан на измерении плотности суспензии, изменяющейся во времени по мере оседания частиц. Для определения плотности применяют стеклянный ареометр.

Автоматический гранулометрический анализ на седиграфе. Седиграф - один из последних вариантов гранулометров. Прибор

измеряет концентрацию - суспензии на разных уровнях с помощью тонкого пучка рентгеновских лучей; Преимущества анализа быстрота, точность, автоматизация, отсутствие оператора.

Метод пипетки. Принцип метода, состоит в том, что по истечении времени, необходимого для опускания частиц почвы того или иного диаметра ниже определено глубины в воде, с этой глубины берут определенный объем суспензии почвы. Суспензию почвы, приготовленную по методу Качинского помещают в цилиндр объемом 1 л и анализируют, принимая во внимание скорости падения частиц в воде согласно закону Стокса. Через определённые промежутки времени (первая проба отбирается через, несколько минут, последняя - через 30 часов) пипеткой объемом 25 мл отбирают пробы, суспензии с различной глубины, затем пробы выпаривают, высушивают до постоянной массы и находят массу анализируемой фракции.

Определение гранулометрического состава «мокрый» методом. Метод чаще всего применяется в полевых условиях. Образец растёртой почвы насыпают в фарфоровую чашку и смачивают водой и перемешивают до тестообразного состояния (густой пасты), при котором почвы обладают наибольшей пластичностью. При определении механического состава карбонатных почв и пород применяют вместо воды 10 % HCL. Воду нужно приливать постепенно, наблюдая за полным впитыванием каждой порции, тщательно перемешивая её с почвой до получения наиболее вязкого теста из почвы (при избытке воды масса почвы становится жидкой и текучей).

Из хорошо размятой и перемешанной в руках почвы (вода из почвы при этом не отжимается), на ладони скатывают шарик диаметром 1,5 - 2,0 см и пробуют на ладони раскатать его в шнур толщиной около 3 мм, затем свернуть в кольцо диаметром 2-3 см. В зависимости от механического состава почвы шнур при скатывании принимает различный вид:

Песок - не образуется ни шарика, ни шнура.

Супесь - почва образует шарик, при раскатывании «шнур почва распадается на мелкие кусочки, образуются только зачатки шнура.

Лёгкий суглинок - раскатывается в шнур, но он очень непрочен, при раскатывании или взятии с ладони шнур легко распадается, дробится на дольки, части.

Средний суглинок - образует сплошной шнур, который при свертывании в кольцо распадается на дольки

Тяжелый суглинок - при раскатывании легко образуется шнур,

который свертывается в кольцо, но дает трещины и переломы.

Глина - образует длинный тонкий шнур, который легко свертывается в стойкое кольцо без трещин.

Задание для практической работы:

1 Самостоятельно определить механический состав 3-х образцов почв «мокрым» методом

ОТЧЁТ по заданию должен содержать:

1 Теоретические основы определения механического состава почв.

2 Таблицу с результатами анализов (таблица 3).

Таблица 3. Результаты анализа определения механического состава почвы

№ варианта	№ образца почвы	Морфология образца почвы при испытании	Механический состав образца

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

1. Дайте определение термина «механические элементы почв».
2. Назовите основные фракции механических элементов почв по Н.А. Качинскому.
3. Дайте определение термина «механический состав почвы».
4. Назовите основные группы почв по механическому составу.
5. Какое значение оказывает механический состав на почвообразование и сельскохозяйственное использование почв?
6. Назовите основные методы подготовки почв к определению механического состава и дайте их краткую характеристику.
7. Назовите основные методы определения механического состава почв и дайте их краткую характеристику.

ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА 2 ОПРЕДЕЛЕНИЕ КИСЛОТНОСТИ ПОЧВЫ

Цель занятия: изучить основные формы кислотности почвы, изучить методы определения кислотности почвы водной и солевой вытяжек, научиться самостоятельно определять кислотность почвы.

Общие положения

Характерным свойством почвы является ее реакция. Она проявляется при взаимодействии почвы с водой или растворами солей и определяется соотношением свободных ионов H^+ и OH^- в почвенном

растворе. Концентрация свободных ионов H^+ выражается величиной рН, представляющей отрицательный логарифм концентрации ионов водорода; рН 7 характеризует нейтральную реакцию, рН < 7 - кислую и рН > 7 - щелочную.

Реакция почвенного раствора в различных почвах колеблется от рН 3,5 до 8-9 и выше. Наиболее кислую реакцию имеют болотные почвы верховых торфяников. Кислой реакцией почвенного раствора характеризуются подзолистые и дерново-подзолистые почвы (рН 4 - 6). Черноземы имеют реакцию, близкую к нейтральной. Наиболее щелочная реакция у солончаков (рН 8 - 9 и выше).

Сельскохозяйственные растения предъявляют разные требования к реакции почвы. Наиболее благоприятна слабокислая или слабощелочная реакция; отрицательно сказываются на развитии растений сильнокислая и особенно сильнощелочная реакция почвенного раствора.

С реакцией почвенного раствора тесно связана жизнедеятельность почвенной микрофлоры. В кислой среде преобладает грибная микрофлора, в нейтральной и слабощелочной - бактериальная.

Кислотность почвы - способность почвы подкислять воду и растворы нейтральных солей. Различают *актуальную* и *потенциальную кислотность*. *Актуальной кислотностью* называется кислотность почвенного раствора. *Потенциальная кислотность* характерна для твердой фазы почвы. Между актуальной и потенциальной кислотностью в почве сохраняется подвижное равновесие, по доминирующее значение во всех почвах имеет кислотность твердой фазы почвы.

Актуальная кислотность почвенного раствора зависит от наличия в нем свободных кислот, кислых солей и степени их диссоциации. В большинстве почв актуальная кислотность обусловлена угольной кислотой и ее кислыми солями. *Актуальная кислотность выражается в величине рН, которая определяется в водной вытяжке из почвы.* Определение актуальной кислотности почвы необходимо для выяснения возможности воздействия на почву разных форм, доз и сочетаний удобрений; а также подбора культур в севооборотах. Однако рН водной вытяжки - величина неустойчивая, часто изменяющаяся под действием разных факторов в течение даже одного вегетационного периода.

Потенциальная кислотность (кислотность твердой фазы) имеет сложную природу. Ее носителем являются обменные катионы H^+ и OH^-

почвенных коллоидов. В гумусовых горизонтах наибольшее значение в формировании кислотности принадлежит иону водорода, а в минеральных горизонтах - алюминию. Источником обменного иона водорода являются органические кислоты, образующиеся при разложении и гумификации органических остатков, а также угольная кислота. Источником обменного алюминия следует считать алюминий кристаллической решетки глинистых минералов и несиликатные формы гидроокиси алюминия.

В зависимости от характера вытеснения различают две формы потенциальной кислотности - *обменную* и *гидролитическую*,

Обменной кислотностью почвы называют ту часть потенциальной кислотности, которая образуется при взаимодействии почвы с раствором нейтральных солей (чаще всего - KCl). При взаимодействии почвы с раствором нейтральной соли происходит вытеснение той части ионов водорода из внешнего слоя почвенных коллоидов, которая находится в диссоциированном состоянии при кислой или нейтральной реакции. В результате взаимодействия солевого раствора и почвы образуется соляная кислота, которая и характеризует обменную кислотность.

Гидролитической кислотностью почвы называют ту часть потенциальной кислотности, которая образуется при взаимодействии почвы с раствором гидролитически щелочных солей, например, CH_3COONa . Гидролитически щелочной солью называется соль сильного основания и слабой кислоты, которая в водном растворе благодаря гидролизу имеет щелочную реакцию. При обработке почвы раствором такой соли вследствие щелочной реакции среды происходит более полное вытеснение поглощенного водорода. Гидролитическая кислотность обычно больше обменной, так как при обработке почвы раствором гидролитически щелочной соли вытесняется, помимо подвижных ионов, и менее подвижная часть поглощенных ионов водорода.

Величина *обменной кислотности* выражается величиной рН *солевой вытяжки*, полученной при обработке почвы раствором нейтральной соли. По величине рН различают следующие градации почв:

- сильнокислые рН < 4,5
- среднекислые рН 4,6 - 5,0
- слабокислые рН 5,1 - 5,5
- близкие к нейтральным рН 5,6 - 6,0.

Методы определения кислотности почвы.

1. Метод определения рН водной вытяжки почвы определён ГОСТ 26423-85 «Почвы. Методы, определения удельной электрической проводимости».

Сущность метода заключается в извлечении водорастворимых солей из почвы дистиллированной водой при отношении почвы к воде 1 : 5 и определении рН водной вытяжки с помощью рН-метра.

Метод отбора проб. Пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояния, измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1-2 мм и хранят в коробках или пакетах. Пробу на анализ из коробки отбирают шпателем или ложкой, предварительно перемешав почву на всю глубину коробки. Из пакетов почву высыпают на ровную поверхность, тщательно перемешивают и распределяют слоем толщиной не более 1 см. Пробу на анализ отбирают не менее чем из пяти мест. Масса пробы - 30 г.

Приготовление водной вытяжки из почвы. Пробы почвы массой 30 г, взвешенные с погрешностью не более 0,1 г, помещают в конические колбы. К пробам приливают дозатором или цилиндром по 150 см³ дистиллированной воды. Почву с водой перемешивают в течение 3 мин на взбалтывателе, ротаметре или мешалке и оставляют на 5 мин для отстаивания. Допускается пропорциональное изменение массы пробы почвы и объема дистиллированной воды при сохранении отношения между ними 1:5.

Измерение рН. Часть полученной почвенной суспензии сливают в химический стакан вместимостью 50 см³ и используют для определения рН. Настройку рН-метра проводят по трем буферным растворам с рН 4,01, 6,86, 9,18, приготовленным из стандарт-титров. Показания прибора считывают не ранее чем через 1,5 мин после погружения электродов в измеряемую среду, после прекращения дрейфа измерительного прибора. Во время работы настройку прибора периодически проверяют по буферному раствору с рН 6,86.

Обработка результатов. За результат анализа принимают значение единичного определения. Допускаемые относительные отклонения при доверительной вероятности $P=0,95$ от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле составляют 0,2 единицы рН.

2 Метод определения рН солевой вытяжки определён ГОСТ 26483-85 «Почвы. Приготовление солевой вытяжки и определение ее рН по методу ЦИНАО».

Сущность метода заключается в извлечении обменных катионов из почвы раствором хлористого калия концентраций 1 моль/дм³ (1 н.) при соотношении почвы и раствора 1 : 2,5 и потенциометрическом определении рН с использованием стеклянного электрода. Суммарная погрешность метода при определении рН составляет 0,1 единицы рН.

Метод отбора проб. Пробы почвы доводят до воздушно-сухого состояние, измельчают, пропускают через сито с круглыми отверстиями диаметром 1-2 мм и хранят в коробках или пакетах. Пробу на анализ из коробки отбирают шпателем или ложкой, предварительно перемешав почву на всю глубину коробки. Из пакетов почву высыпают на ровную поверхность, тщательно перемешивают и распределяют слоем толщиной не более 1 см. Пробу на анализ отбирают не менее чем из пяти мест. Масса пробы - 30 г.

Подготовка к анализу 1. Приготовление экстрагирующего раствора хлористого калия концентрации $C(KCl) = 1 \text{ моль/дм}^3$ (1 н.) (рН 5,6 - 6,0). Раствор готовят из расчета 75 г хлористого калия, взвешенного с погрешностью не более 0,1 г, на 1000 см³ раствора и измеряют рН. При необходимости заданное значение рН получают прибавлением раствора гидроксида калия или раствора соляной кислоты. 2. Приготовление буферных растворов для настройки рН-метра. Готовят из стандарт-титров.

Приготовление солевых вытяжек из почв. Пробы почвы массой 30 г взвешивают с погрешностью не более 0,1 г и пересыпают в конические колбы. К пробам дозатором или цилиндром приливают по 75 см³ экстрагирующего раствора. Одновременно проводят холостой опыт без пробы почвы. Допускается пропорциональное изменение массы пробы почвы и объема экстрагирующего раствора при погрешности дозирования не более 2%. Почву с раствором перемешивают в течение 1 мин.

Обработка результатов: Проводят настройку рН-метра или иономера по трём буферным растворам с рН 4,01, 6,86, 9,18. Погружают электроды в суспензии и измеряют величину рН. Показания прибора считывают не ранее чем через 1 мин после погружения электродов в суспензию. Во время работы прибора настройку периодически проверяют по буферному раствору с рН 4,01. Для ускорения установления потенциала допускается перемешивание анализируемых суспензий после погружения в них электродов.

Обработка результатов. За результат анализа принимают значение единичного определения рН. Значения рН считывают со

шкалы прибора с точностью не ниже 0,1 единицы рН. Допускаемые отклонения от среднего арифметического результатов повторных анализов при выборочном статистическом контроле при вероятности $P=0,95$ составляют 0,2 единицы рН.

Задания для практической работы

1. Самостоятельно приготовить водные вытяжки для 3-х образцов почв и определить в них рН.
2. Самостоятельно приготовить солевые вытяжки для 3-х образцов почв и определить в них рН.

ОТЧЕТ по заданию должен содержать:

3. Теоретические основы определения кислотности в почвах.
4. Таблицу с результатами анализов (таблица 4).

Таблица 4. Результаты анализов определения рН водной и солевой вытяжек образцов почв

№ варианта	№ образца почвы	рН водной вытяжки	рН солевой вытяжки	Градации почвы по кислотности

КОНТРОЛЬНЫЕ ВОПРОСЫ

- 1 Дайте определение термина «кислотность почвы».
- 2 Какие виды кислотности различают в почвах?
- 3 Дайте определение термина «актуальная кислотность». От чего зависит величина актуальной кислотности и как она определяется?
- 4 Дайте определение термина «потенциальная кислотность». Какие существуют формы потенциальной кислотности и как они определяются?
- 5 Кратко охарактеризуйте основные методы определения кислотности почв.

Библиографический список

- 1 Общая экология: А.А. Степановский. М. ЮНИТИ-ДАНА, 2000. 510с.
- 2 Почвоведение. И.С. Кауричев. М. Колос, 1982. 496с.