

**МИНИСТЕРСТВО УГОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР**  
**Всесоюзный научно-исследовательский**  
**и проектно-конструкторский институт**  
**охраны окружающей природной среды**  
**в угольной промышленности (ВНИИОСуголь)**

**РУКОВОДСТВО**  
**ПО АНАЛИЗУ ШАХТНЫХ ВОД**

**Пермь — 1980**

**МИНИСТЕРСТВО УГОЛЬНОЙ ПРОМЫШЛЕННОСТИ СССР**

**Всесоюзный научно-исследовательский и проектно-конструкторский институт охраны окружающей природной среды  
в угольной промышленности (ВНИИОСуголь)**

**СОГЛАСОВАНО**

**Министерством мелиорации  
и водного хозяйства СССР  
№ 13-3-05/955, 13.II.79  
Заместитель начальника  
Главного управления по  
охране вод В.Ф.КОСТИН**

**УТВЕРЖДАЮ**

**Начальник Управления  
охраны природы  
Минуглепрома СССР**

**Г.Г.ВОЗНИК  
"05" сентября 1980 г.**

**РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ШАХТНЫХ ВОД**

**Издание второе, дополненное**

## А Н Н О Т А Ц И Я

В "Руководство по анализу шахтных вод" включены методики контроля состава сточных вод, сбрасываемых предприятиями по добыче угля, и качества воды водоемов.

Во втором издании "Руководства..." дополнен раздел "Общие сведения", касающийся отбора и консервации проб воды, порядка и контроля выполнения анализа. Улучшены, изменены методики определения фенолов, фторидов, жесткости, ионов алюминия, кальция, меди и др.

Дополнительно включены более совершенные, а в ряде случаев и более экспрессные, методики определения мышьяка, сульфатов, хлоридов, нефтепродуктов, группы тяжелых металлов, железа и алюминия в кислых шахтных водах. Включены методики определения боратов, бромидов, иодидов, силикатов, хрома, поверхностно-активных веществ. Исключены методики, не получившие применения на предприятиях отрасли.

"Руководство..." предназначено для санитарно-профилактических лабораторий предприятий и лабораторий научно-исследовательских институтов угольной промышленности, занимающихся анализом шахтных и карьерных вод.

"Руководство..." составлено сотрудниками Всесоюзного научно-исследовательского и проектно-конструкторского института охраны окружающей природной среды в угольной промышленности (ВНИИОСуголь) Вековшиной С.И., Федосеевой Л.А., Марьяновской С.М., к.м.н. Немковским Б.Б., Ощепковой А.П., Макаревич Т.Н., Кузнецовой А.С., Пустосмеховой Л.Н.

На основании письма Главного государственного санитарного врача СССР тов.Бургасова П.Н. "О порядке рассмотрения и согласования проектов нормативно-технической документации органами и учреждениями санитарно-эпидемиологической службы" № 122-14/3737-1 от 23.10.78 согласованное 09.11.71 № 121-14/1949-14 Министерством здравоохранения СССР "Руководство по анализу шахтных вод" вновь не согласовывается, так как включенные в него методики не влекут за собой изменений гигиенического характера (Приложение 7).

## В В Е Д Е Н И Е

Необходимость составления "Руководства по анализу шахтных вод" (1972 г.) была вызвана тем, что определение физико-химического состава шахтных и карьерных вод проводилось по различным методикам, что не позволяло систематизировать и сопоставлять данные химического анализа, полученные в различных районах и бассейнах страны, и оценивать эффективность мер, принятых по очистке сточных вод. Опыт показал, что "Руководство" нашло широкое применение и в настоящее время используется во всех санитарно-профилактических лабораториях отрасли.

Как дополнение к "Руководству..." были подготовлены и в 1977 г. изданы методические указания "Инструментальные методы анализа шахтных вод", в какой-то мере расширившие диапазон определяемых в шахтных водах компонентов. За время, истекшее после издания "Руководства...", в аналитической химии воды появились более совершенные методики анализа, получили применение новые реагенты. При изучении химического состава шахтных вод и решении вопросов, связанных с охраной окружающей среды, выяснилось, что перечень определяемых в шахтных водах компонентов должен быть значительно расширен, повышена чувствительность, селективность и воспроизводимость ряда методик. В связи с этим и подготовлено второе издание "Руководства по анализу шахтных вод".

При подготовке методик настоящего "Руководства..." за основу были взяты и использованы имеющие наибольшее применение при анализе вод методические руководства: Унифицированные методы исследования качества вод (ч. I, изд. 3, М., СЭВ, 1977), Руководство по химическому анализу поверхностных вод суши (Л., Гидрометеиздат, 1977), Методы анализа природных вод (Резников А.А., Муликовская Е.А., Соколов И.Д., - М.: Недра, 1970), Унифицированные методы анализа вод СССР (вып. I, Л., Гидрометеиздат, 1978), Химический анализ производственных

сточных вод (Дурье Ю.Ю., Рыбникова А.И., М.; Химия, 1974) и другие, а также действующие в отрасли нормативные документы.

Усовершенствование и доработка методики проводились в основном в части улучшения способов устранения мешающих влияний с учетом специфики шахтных вод, применения новых реагентов, условий концентрирования и подготовки проб с целью повышения чувствительности, селективности и воспроизводимости методики. Дополнительно включены новые, более совершенные, а в ряде случаев и более экспрессные, методики определения мышьяка, сульфатов, хлоридов, нефтепродуктов и других компонентов. Для определения некоторых компонентов дано по 2-3 методики с рекомендациями применения каждой из них для определенного типа шахтных вод. Типы шахтных вод определены в зависимости от величины рН и степени минерализации с учетом требований ГОСТа 17403-72:

- нейтральные пресные;
- нейтральные солоноватые;
- кислые.

Ряд методик, изложенных в первом издании "Руководства...", не включены во второе издание, как не получившие применения при анализе шахтных вод на предприятиях отрасли.

Во второе издание включены методики определения бромидов, иодидов, боратов, силикатов, хрома, поверхностно-активных веществ. Дополнен раздел, касающийся отбора и консервации проб, порядка выполнения и контроля результатов химического анализа. При подготовке настоящего "Руководства..." проведена метрологическая оценка рекомендуемых методик на воспроизводимость (относительное стандартное отклонение).

Предлагаемые гравиметрические, титриметрические, фотометрические, потенциометрические и химико-спектральные методы анализа рекомендуются для определения состава шахтных (карьерных) вод и воды водоемов по схеме санитарно-химического анализа (табл. I), в которую входят общие и специфические компоненты и показатели, характерные для шахтных вод отдельных угольных бассейнов или шахт.

В рекомендуемую схему по сравнению со схемой анализа производственных сточных вод (С.Н. Черкинский. "Санитарные

## Схема санитарно-химического анализа воды

## Показатели, компоненты

---

Температура
Цвет
Запах
Прозрачность
Взвешенные вещества
Окисляемость
Растворенный кислород
Биохимическое потребление кислорода (БПК <sub>полн.</sub> )
Щелочность
Величина pH
Азот аммонийный
Нитриты
Нитраты
Фосфаты
Хлориды
Сульфаты
Жесткость
Кальций, магний
Калий, натрий
Железо
Алюминий
Нефтепродукты
Фенолы
Поверхностно-активные вещества
Специфические компоненты*: медь, цинк, мышьяк, кобальт, кадмий, свинец, никель, марганец, барий, стронций, фториды, бораты, бромиды, иодиды и др.
Бактериологический анализ**

---

\* Определяются компоненты, характерные для данного угольного бассейна.

\*\* Выполняется по ГОСТу I8963-73.

условия спуска сточных вод в водоемы<sup>\*)</sup>) дополнительно включены те компоненты, определение которых необходимо при решении вопросов использования шахтных вод в различных отраслях народного хозяйства.

Вопросы переводности сточные проб шахтных вод для анализа, выбора точек отбора, сопоставления методов анализа с местными особенностями водопользования и охраны вод в летние периоды изложены в действующем отраслевом нормативном документе - "Руководстве по эксплуатации сооружений для очистки шахтных вод", 1976 г. в "Методических указаниях по организации ведомственного контроля за сбросом сточных вод", 1979 г.

## ОБЩИЕ СВЕДЕНИЯ

### ОТБОР ПРОБ ВОДЫ ДЛЯ АНАЛИЗА

Правильный отбор проб воды является необходимым условием надежности получаемых результатов химического анализа. Неправильное проведение отбора проб может привести к неоправданной ошибке.

Основные принципы, которые требуется соблюдать при отборе проб воды, состоят в следующем:

- проба воды, взятая для анализа, должна быть представительной, т.е. отражать условия и место отбора, а также качество воды во время исследуемого периода;
- отбор пробы, ее доставка в лабораторию, хранение и подготовка к анализу должны производиться так, чтобы изменения состояния и содержания определяемых компонентов и свойств воды были незначительными или по возможности исключены;
- объем пробы должен быть достаточным для проведения всех необходимых определений.

Критериями выбора точек отбора проб сточных вод на очистных сооружениях являются условия сброса и смешения вод и технология их очистки, а при сбросе сточных вод непосредственно в водоемы и водотоки - гидрологические и другие особенности водоема, которые могут оказать влияние на состав пробы.

О т б о р   п р о б   с т о ч н ы х   в о д   и  
в о д ы   в о д о е м о в   д л я   о б щ е г о  
л а б о р а т о р н о г о   к о н т р о л я

В соответствии с "Правилами охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами" пробы сточных вод, сбрасываемых

в водные объекты, отбирают до и после всего комплекса очистных сооружений.

При поступлении шахтных и карьерных вод на очистные сооружения и сбросе неочищенных вод по каждому выпуску отбирают средние смешанные пробы. Средние пробы составляют смешением разовых проб объемом 0,5–1 л, отобранных перед поступлением шахтных и карьерных вод на очистные сооружения, а при сбросе неочищенных вод – из водослива каждого выпуска. Интервалы между отбором разовых проб устанавливают в каждом конкретном случае в зависимости от длительности периода работы водоотлива, они колеблются в пределах 15–60 мин.

При сбросе кислых шахтных вод отбирают серию из трех разовых проб с интервалами в 30 мин. Пробы не смешивают и анализируют каждую отдельно. В соответствии с "Инструкцией по оценке качественно-количественного состава кислых шахтных вод для проектирования нейтрализационных установок" пробы отбирают на расстоянии 20–30 м после объединения отдельных потоков водослива. При наличии очистных сооружений пробы кислых шахтных вод отбирают из приемного резервуара-усреднителя.

После всех типов сооружений по очистке шахтных и карьерных вод так же, как и до сооружений, отбирают средние смешанные пробы. Среднюю пробу очищенных вод на каждом очистном сооружении составляют смешением разовых проб объемом ~ 1 л, отобранных с интервалами в 30 мин. в течение двух часов.

Пробы из канавок, ручьев, дренажных канав отбирают в местах наиболее сильного течения на глубине 20–30 см от поверхности. На водосливах следует отбирать пробу непосредственно из падающей струи. Из водосборников и отстойников пробу отбирают на соответствующей глубине в зависимости от целей анализа. При этом необходимо учитывать возможность неравномерного распределения примесей по слоям.

На водоемах и водотоках, в соответствии с "Правилами охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами", пробы отбирают выше и ниже спуска сточных вод.

На больших потоках (площадь водосбора более 200 км<sup>2</sup>) отбирают серию проб, т.е. пробы отбирают по створу в трех точках (левый, правый берег и середина водотока) в местах с большей



скоростью течения на глубине 0,3-0,5 м от поверхности. Каждой пробе отбирают не менее 3 л, пробы не смешивают и анализируют отдельно. На малых потоках пробы отбирают в центре потока на глубине 0,3 м от поверхности.

На водоемах и водотоках ниже сброса сточных вод пробы отбирают в створе, расположенном на водотоках в одном километре выше ближайшего по течению пункта водопользования, а на непроточных водоемах и водохранилищах - в одном километре в обе стороны от пункта водопользования. При сбросе сточных вод в черте города (или любого населенного пункта) первым пунктом водопользования является данный город (или населенный пункт). Места отбора проб выше сброса сточных вод устанавливает органы местного санитарного надзора.

При выборе точек отбора проб на непроточных водоемах следует помнить, что стоячие воды обычно неоднородны и различаются по качеству воды в различных местах и на различной глубине.

В большинстве случаев пробы можно отбирать прямо в бутылки и канистры или использовать для этих целей небольшую широкогорлую склянку, сливая воду в большую емкость. При необходимости применяют простейший батометр, представляющий собой разборную штангу длиной 1,5-2 м. На конце штанги укреплен диск, на который ставят и закрепляют при помощи подвижного кольца бутылку для проб.

#### О т б о р   п р о б   с т о ч н ы х   в о д   д л я л а б о р а т о р н о г о   к о н т р о л я   в п р о ц е с с е   и х   о ч и с т к и

Порядок отбора проб для лабораторного контроля в процессе очистки сточных вод, осуществляемого обслуживающим персоналом сооружений, регламентируется "Руководством по эксплуатации сооружений для очистки шахтных вод" и "Методикой технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации".

При ежесуточном контроле с определенными интервалами отбирают разовые пробы воды до, после и на всех стадиях очист-

ки сточных вод и анализируют по основным загрязняющим компонентам. При отборе проб очищенной воды необходимо учитывать время прохождения воды через очистные сооружения. Возможно отбирать среднесменные или среднесуточные пробы, если при накоплении и хранении не происходит изменения их состава. При неравномерном поступлении воды на очистные сооружения средняя проба не дает правильного представления о составе сточных вод. В этом случае разовые пробы смешивают пропорционально притоку сточных вод, поступающих на очистное сооружение.

На сооружениях по очистке хозяйственно-бытовых (коммунально-бытовых) стоков, как правило, отбирают среднесуточные пробы поступающих и очищенных сточных вод. Для получения среднесуточной пробы через каждый час отбирают разовые пробы объемом  $\sim 300$  мл и смешивают пропорционально притоку сточных вод.

В каждом случае порядок лабораторного контроля устанавливает в зависимости от технологической схемы очистного сооружения.

#### О т б о р   п р о б   в о д ы   н а   н е ф т е - п р о д у к т ы

Указания по отбору проб воды на нефтепродукты даны на основании рекомендаций "Унифицированных методов исследования качества вод" (М., СЭР, 1977).

Нефтепродукты находятся в воде в различной форме: растворенные, эмульгированные, связанные (адсорбированные на взвешенных веществах и осадках) и плавающие на поверхности воды в виде пленки. В связи с этим и отбор проб воды, загрязненной нефтепродуктами, отличается некоторыми особенностями. На нефтепродукты пробы отбирают в специально подготовленные широкогорлые склянки с притертыми пробками. Посуду при отборе не ополаскивают, чтобы не повлиять на содержание нефтепродуктов в отбираемой пробе. Объем посуды должен соответствовать объему пробы. необходимому для выполнения анализа, так как пробу не делят, а анализируют весь объем; обычно отбира-

ют I и пробы.

Следует различать общую пробу воды на нефтепродукты, подповерхностную пробу воды и отбор нефтяной пленки.

Общей называют пробу, включающую поверхностную пленку и прилегающий к ней слой воды, высота которого равна высоте сосуда для отбора пробы. Результаты анализа выражают в мг/л воды.

При отборе подповерхностных проб воды, на поверхности которой нефтяная пленка, последнюю необходимо удалить. Для этого используют деревянную раму, имеющую форму треугольника с одной свободной стороной. Это позволяет плавающей на поверхности пленке уплывать вниз по течению. Раму ставят острием против течения воды и отбор пробы осуществляют в центре между сторонами рамы, при этом пленка уносится течением. Там, где нет течения воды, поверхностную пленку можно удалить куском полотна. При отборе следует следить, чтобы пленка не попадала в склянку с пробой.

При отборе поверхностных вод место отбора зависит от условий смешения сточных вод с водой водоема, пробы отбирают в местах с установившейся спокойной поверхностью. Во время отбора вода не должна взмучиваться, а поверхностная пленка, если она есть, не должна срываться и погружаться в нижние слои воды, так как может произойти непропорциональное повышение концентрации нефтепродуктов в подповерхностных слоях.

Для сточных вод выбирают место отбора с максимальным поверхностным завихрением, по возможности в конце этого участка. На водосливах пробы отбирают непосредственно из падающей струи путем многократного ее пересечения. В случае открытых каналов со свободным потоком пробы отбирают так же, как и пробы поверхностных вод, в местах с установившейся спокойной поверхностью.

Для отбора проб с поверхностных слоев широкогорлую склянку можно закрепить в держателе на штатке.

Для отбора нефтяной пленки, если в этом есть необходимость, применяют специальное устройство, изображенное на рис. I. Металлический круг I, обтянутый планктонной сеткой

(80 меш.), при помощи подвижной муфты закреплен на штанге 2, на конце которой неподвижно укреплен металлический диск 3. При отборе поверхностной пленки устройство быстро опускают в воду и диск разбивает пленку в месте погружения. Круг с сеткой, закрепленный на расстоянии 2-3 см выше диска, погружают в воду на глубину 20-30 см, отводят на место с ненарушенной поверхностной пленкой и медленно поднимают вверх. При этом на сетке остается пленка, а вода стекает. Сразу после отбора нефтепродукты с сетки количественно смывают 3-4 порциями четыреххлористого углерода или другого экстрагента, с которым будут в дальнейшем работать, через воронку в склянку для пробы. Зная площадь сетки, можно рассчитать % пленочных нефтепродуктов на м<sup>2</sup> площади водоема.

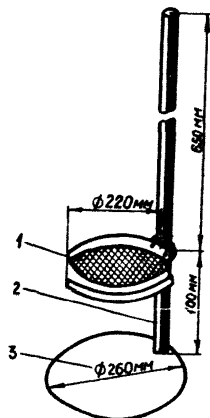


Рис. I. Устройство для отбора поверхностной пленки нефтепродуктов

### Подготовка посуды для отбора проб

Для отбора проб воды используют стеклянные бутылки или инеркогорные склянки с притертыми пробками и полиэтиленовые канистры (фляги). При отсутствии притертых стеклянных пробок можно использовать резиновые или корковые пробки, обернутые полиэтиленовой пленкой или фольгой.

Перед отбором проб стеклянную и полиэтиленовую посуду тщательно моют. Для мытья можно использовать техническую концентрированную соляную кислоту, которая хорошо растворяет осевшие на дне и стенках посуды гидроксиды металлов, а для обезжиривания - моющие средства. Прилипшие к стенкам посуды частицы угольно-породной взвеси удаляют механически. Посуду

можно мыть хромовой смесью, используя для ее приготовления технические реактивы. После обработки кислотами или ПАВ посуду моют водопроводной водой и споласкивают дистиллированной. Для полного обезжиривания ее пропаривают водяным паром. Перед отбором пробы посуду споласкивают отбираемой водой. В случае определения в воде поверхностно-активных веществ использование для мытья посуды синтетических моющих средств недопустимо.

При высоком содержании в воде взвешенных веществ (угольно-породная взвесь или гидроксид железа), посуду отбираемой водой не споласкивают, так как это может привести к изменению состава воды.

Склянки для отбора проб воды на нефтепродукты, тщательно вымытые, дополнительно споласкивают органическим растворителем, который будет применен для экстракции, и сушат.

## КОНСЕРВИРОВАНИЕ ПРОБ ВОДЫ

Целью консервирования проб воды, отбираемых для химического анализа, является сохранение компонентов, определяемых в воде, и ее свойств в том состоянии, в котором они находились в момент отбора проб.

За время между отбором пробы и ее анализом определяемые компоненты изменяются в различной степени. Быстро изменяется величина рН, содержание растворенного кислорода, двуокиси углерода, остаточного хлора. В свою очередь изменение содержания этих веществ может вызвать изменение концентрации или состояния других компонентов, содержащихся в пробе. Например, железо, марганец, кальций могут выпасть в виде осадка солей или гидроксидов.

На состав пробы оказывает влияние и различные биохимические процессы, вызванные деятельностью микроорганизмов; эти процессы можно замедлить охлаждением и хранением пробы до начала анализа при 3-4°C.

Консервирование проб проводят тогда, когда определяемый компонент быстро изменяется и его определение не может быть

выполнено в день отбора.

Консерванты не предохраняют полностью определяемые компоненты от изменений, поэтому к анализу законсервированных проб следует приступать в первые дни после отбора проб (табл.2).

Таблица 2

Указания о консервировании, сроках и условиях хранения проб воды, отобранных для химического анализа

Компоненты	Указания о консервировании проб	Сроки и условия хранения проб	Посуда для хранения проб
Алюминий	Консервируют на месте отбора, см. "Железо"	Законсервированные пробы хранят в течение 2-3 дней	С, П. *
Бораты	Не консервируют	Определение проводят в течение 7-10 дней	П, С (марка "Л")
Бромиды, иодиды	Не консервируют	Пробы хранят при 3-4°C не более 5 суток	П, С
БПК	Не консервируют	Пробу обрабатывают в течение суток после отбора, хранят при 3-4°C	С
Завешенные и растворенные вещества	Не консервируют	Определение проводят в течение суток после отбора, хранят при 3-4°C	С, П
Железо	Консервируют на месте отбора. В зависимости от целей определения консервируют фильтрованную или не фильтрованную пробу	Законсервированные пробы можно хранить 2-3 дня	С, П
Общее железо в нейтральных водах	Прибавляют азотную кислоту (пл. I,4) до pH - I		

\* С - посуда из стекла.  
П - посуда из полиметилена.

Компо- ненты	Указания о консер- вировании проб	Сроки и условия хранения проб	Посуда для хра- нения проб
Формы железа в кислых водах	Прибавляют 5 мл серной кислоты (пл. I, 84) и 1,0-1,5 г суль- фата аммония на I л пробы		
Жесткость (кальций, магний)	Не консервируют	Определение проводят в первые дни после отбора пробы	С, II
Кислород раство- ренный	Не консервируют	Пробы отбирают в кис- С лородные склянки и фиксируют раство- ренный кислород на мес- те отбора специаль- ными реактивами. Ана- лизируют в первые сутки	
Кислот- ность, щелоч- ность, pH	Не консервируют	Определение проводят С, II сразу или не позднее, чем через сутки после отбора. Посуду запол- няют полностью, без пузырьков воздуха. При транспортировке пробу предохраняют от нагревания	
Марганец	Прибавляют 5 мл азотной кислоты (пл. I, 4) на I л пробы	Определение проводят С, II в первые дни после отбора пробы	
Микро- элементы (кадмий, медь, цинк, никель, свинец, кобальт, хром об- щий, се- ребро и др.)	Прибавляют 5 мл азотной кислоты (пл. I, 4 ; ос. ч. или перегнанной) на I л пробы	Законсервированные С, II пробы можно хранить	
Мышьяк	Прибавляют 5 мл азотной кислоты	Определение проводят С, II в первые дни после	

Продолжение табл.2

Компо- ненты	Указания о консер- вировании проб	Сроки и условия хранения проб	Посуда для хра- нения проб
	(ил. I, 8) на I л пробирки консервированной пробы	отбора проб	
Нефте- продукты	Прибавляют 2-4 мл экстрагента, с которым прово- дят определение, на I л проб	Определение проводят в течение двух недель	С
Окислие- мость а) пер- манган- атная	Прибавляют 5 мл серной кислоты (1:3) на 100 мл отстоянной пробы; в этом случае при определении окис- ляемости кислоту не добавляют	Определение в неза- консервированной про- бе проводят в течение суток после отбора. Законсервированную пробу можно хранить 1-2 дня при 3-40С	С
б) бихро- матная	Прибавляют 1 мл серной кислоты (ил. I, 84) на I л отстоянной пробы		
Прозрач- ность	Не консервируют	Определение проводят не позднее, чем через сутки после отбора пробы	С, П
Силикаты	Не консервируют	Определение проводят в течение 7-10 дней, хранят при 3-40С	П
СПАВ	Прибавляют 2-4 мл хороформа или дихлорэтана на I л проб	Определение в незакон- сервированной пробе проводят в день отбо- ра. Законсервирован- ную пробу можно хра- нить 2-3 суток при 3-40С	С
Сульфаты	Не консервируют	Определение проводят в течение 7-10 дней	С, П
Фенолы	Прибавляют 4 г едкого натра на I л проб	Определение в неза- консервированной пробе проводят в день отбора. Закон- сервированную пробу можно хранить при 3-40С в течение 3-4 дней	С



Продолжение табл.2

Компоненты	Указания о консервировании проб	Сроки и условия хранения проб	Посуда для хранения проб
Формы азота (нитраты, нитриты, аммония)	Прибавляют 2-4 мл хлороформа на 1 л пробы	Определение в незаконсервированной пробе проводят в день отбора. Законсервированную пробу можно хранить при 3-4°C в течение 1-3 дней	С, П
Фосфаты	Прибавляют 2-4 мл хлороформа на 1 л пробы	Определение в незаконсервированной пробе проводят в день отбора. Законсервированную пробу можно хранить при 3-4°C в течение 2-3 дней	С, П
Фториды	Не консервируют	Определение проводят в течение 7-10 дней	П
Хлориды	Не консервируют	Определение проводят в течение 7-10 дней	С, П

**КОНТРОЛЬ И СТАТИСТИЧЕСКАЯ ОБРАБОТКА  
РЕЗУЛЬТАТОВ ХИМИЧЕСКОГО АНАЛИЗА ВОДЫ**

О ц е н к а   к а ч е с т в а   а н а л и з а   п о  
о т н о с и т е л ь н о м у   с т а н д а р т н о м у  
о т к л о н е н и ю

При освоении методики определения концентрации того или иного компонента шахтных вод воспроизводимость полученных результатов оценивают по средней квадратичной погрешности и относительному стандартному отклонению.

При обработке результатов анализа рассчитывают:

а) среднее арифметическое значение

$$\bar{x} = \frac{\sum x_i}{n},$$

где  $n$  - число определений не менее 10;  
 $x_i$  - результат отдельного определения;

б) отклонения отдельных измерений от среднего арифметического:

$$d_i = x_i - \bar{x};$$

в) среднюю квадратичную погрешность:

$$S = \sqrt{\frac{\sum (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}}; \quad (1)$$

г) относительное стандартное отклонение:

$$U = \frac{S \cdot 100}{\bar{x}}, \% \quad (2)$$

**П р и м е р.** Обработка результатов определения кальция титриметрическим методом с кальцином.

При определении кальция в шахтной воде получены следующие результаты: 103, 103, 100, 103, 100, 103, 100, 102, 103 и 100 мг/л. Необходимо установить воспроизводимость определения по относительному стандартному отклонению.

Результаты вычислений записывают в таблицу.

По формулам (1) и (2) находят:

$$S = \sqrt{\frac{21}{10-1}} = 1,527$$

$$U = \frac{1,527 \cdot 100}{102} = 1,49\%$$

Таблица 3

$X_i$	!	$X_i - \bar{X}$	!	$(X_i - \bar{X})^2$
103		+ 1		1
103		+ 1		1
100		- 2		4
103		+ 1		1
100		- 2		4
103		+ 1		1
100		- 2		4
102		0		0
103		+ 1		1
100		- 2		4
$\Sigma 1017$				$\Sigma 21$
$\bar{X} 102$				

Относительное стандартное отклонение, полученное при расчете, не должно превышать стандартное отклонение, указанное в методике определения кальция с кальцином.

Проверить результаты определения того или другого компонента при выполнении массовых анализов по двум повторным определениям можно по относительной погрешности ( $x$ ), которую рассчитывают в процентах по формуле

$$x = \frac{2(P_1 - P_2)}{(P_1 + P_2)} \cdot 100,$$

где  $P_1$  - больший результат;  
 $P_2$  - меньший результат.

Результат анализа следует считать удовлетворительным, если относительная погрешность не превышает 2U (U - относительное стандартное отклонение в процентах, приведенное в прописи методики).

**Пример.** При двух повторных определениях найдено кальция 122 и 125 мг/л. Производим расчет относительной погрешности ( $\chi$ ):

$$\chi = \frac{2(125-122)}{125+122} \cdot 100 = \frac{600}{247} = \sim 2,43\%$$

Полученные результаты (122 и 125 мг/л Ca) являются удовлетворительными, т.к.  $2,43 < 3,00$  (2U).

**Контроль качества анализа по эквивалентному содержанию ионов**

Проверку качества анализа по этому способу проводят тогда, когда в ходе анализа определены все основные катионы и анионы.

Относительную погрешность ( $\chi$ ) в процентах рассчитывают по формуле

$$\chi = \frac{A-K}{A+K} \cdot 100$$

где A и K - соответственно сумма миллиграмм-эквивалентов анионов и катионов.

Для массовых анализов допустимая погрешность не должна превышать:

Таблица 4

Минерализация воды (мг-экв/л анионов)	Погрешность (в относительных процентах)
> 15	2
5 - 15	2 - 5
3 - 5	5 - 10

## ПОРЯДОК ВЫПОЛНЕНИЯ АНАЛИЗА

Анализ шахтных и карьерных вод, загрязненных взвешенными веществами, начинают с отбора аликвотной порции пробы для определения взвешенных веществ. Для этого пробу хорошо перемешивают, быстро отливают в мерный цилиндр соответствующего объема и фильтруют. Следует иметь в виду, что отбор средней пробы суспензии всегда затруднителен (особенно при наличии крупных частиц) и результаты анализа получаются мало воспроизводимыми.

В первую очередь следует определять те компоненты и показатели, содержание и величина которых может относительно быстро изменяться при хранении пробы. В течение первых суток следует определить pH, окисляемость, формы азота (нитраты, нитриты, ионы аммония), фосфаты, растворенный кислород, щелочность (кислотность), подготовить и поставить пробу на БПК. В случае необходимости в первый же день отбирают аликвотную порцию пробы на определение растворенных веществ (сухой остаток), определяют цвет и прозрачность.

В последующие 2-3 дня определяют железо и алюминий, жесткость, кальций, магний, фенолы, марганец, мышьяк, приступают к определению других микроэлементов, если это входит в задачу исследований.

Определение сульфатов, хлоридов, натрия, калия, фторидов, силикатов, боратов, бромидов, иодидов можно выполнять через более продолжительное время.

Для большинства титриметрических, для всех фотометрических, спектрального и весовых определений воду фильтруют через бумажный ("синяя лента") или мембранный фильтр. Бумажные фильтры должны быть предварительно многократно промыты дистиллированной водой. При наличии крупной взвеси для титриметрических определений допускается фильтрование через бумажный фильтр "белая" или "красная лента".

Определение pH и щелочности (кислотности) электрометрическим методом выполняют в натуральной или отстаиванной пробе. Для определения окисляемости и БПК, как правило, воду отстаивают. Время отстаивания может колебаться от 30 мин до

нескольких часов в зависимости от целей исследования.

Специфические особенности имеют кислые шахтные воды, характеризующиеся низким рН, высоким содержанием железа (II), (III) и алюминия. Для определения содержания основных компонентов кислых шахтных вод рекомендуется следующая последовательность выполнения анализа: взвешенные вещества, рН, кислотность, железо (III), (II), алюминий, жесткость, кальций, сульфаты, хлориды.

Для всех методик фотометрического определения компонентов указаны длины волны светофильтров для ФЭК -56М. При работе с другим прибором измерения производят при длине волны близкой к указанной.

Для приготовления стандартных растворов при построении калибровочных графиков, определении нормальности, молярности и титра растворов необходимо использовать посуду (пипетки, бюретки, мерные колбы), изготовленную по ГОСТу или калиброванную.

## МЕТОДЫ АНАЛИЗА ШАХТНЫХ ВОД

### ТЕМПЕРАТУРА

Измерение температуры исследуемой воды является неотделимой частью анализа. Температура измеряется на месте отбора пробы ртутным термометром с ценой деления  $0,1^{\circ}\text{C}$ . В местах, где позволяют условия, температуру измеряют погружением термометра в сток. Если непосредственное измерение невозможно, то температуру воды измеряют сразу же после отбора пробы. При измерении температуры проба не должна подвергаться влиянию источников тепла или действию прямого солнечного света. Температуру отсчитывают после установления на неизменном уровне ртутного столбика термометра, погруженного в исследуемую воду. Температуру воды указывают в градусах Цельсия с точностью до  $0,1$ .

## Ц В Е Т

Окраска шахтных и поверхностных вод обусловлена растворенными органическими соединениями и наличием взвешенных веществ. Кислые шахтные воды приобретают окраску от растворенных солей железа (III). Окраску определяют в профильтрованной пробе воды или в необработанной пробе, содержащей взвешенные вещества.

В качестве основного приводится визуальный метод определения окраски (цвета) просмотром слоя профильтрованной или непрофильтрованной пробы. Для этого пробу воды наливают в цилиндр с ровным, плоским дном, высота столба воды 10 см и рассматривают пробу сверху на белом фоне при рассеянном дневном освещении. Результат определения описывается словесно с указанием оттенка и интенсивности окрашивания (слабое или сильное).

Цветность ("истинный цвет"), обусловленную только растворенными веществами, определяют в воде водоемов и в шахтных водах после их очистки. Пробы воды фильтруют и не консервируют. Определение производят как можно быстрее в день отбора проб. Количественно цветность определяют сравнением со стандартной шкалой и выражают в градусах цветности. Стандартную шкалу готовят из смеси растворов бихромата калия и сульфата кобальта.

### Р е а к т и в ы.

1. Р а с т в о р № 1. Растворяют 0,0875 г бихромата калия  $K_2Cr_2O_7$ , х.ч., и 2,0000 г сульфата кобальта  $CoSO_4 \cdot 7H_2O$ , х.ч., в дистиллированной воде, прибавляют 1 мл концентрированной (пл. I, 84) серной кислоты, х.ч., и доводят объем до 1 л в мерной колбе дистиллированной водой. Цветность раствора принимается равной 500°.

2. Р а с т в о р № 2. Доводят 1 мл концентрированной серной кислоты дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе.

Шкалу готовят в цилиндрах из бесцветного стекла емкостью 100 мл и высотой 20 см (цилиндры Несслера). При отсутствии таких цилиндров шкалу готовят в больших пробирках одинакового диаметра и высоты.

Смешением растворов № 1 и № 2 в соотношениях, приведенных ниже, получают шкалу цветности.

Шкалу хранят в темноте, цилиндры закрывают пробками, через 2-3 месяца шкалу необходимо возобновлять.

Раствор № 1, мл	1	2	3	4	5	6	8	10	12	14	16	18
Раствор № 2, мл	99	98	97	96	95	94	92	90	88	86	84	82
Градусы цветн.	5	10	15	20	25	30	40	50	60	70	80	90

#### Х о д о п р е д е л е н и я .

В цилиндр однотипный с теми, в которых приготовлена шкала, наливают 100 мл исследуемой воды и, просматривая его сверху на белом фоне, сравнивают окраску воды с окраской стандартных растворов шкалы.

Если исследуемая вода имеет цветность выше 80°, то определение производят после ее разбавления дистиллированной водой.

### ПРОЗРАЧНОСТЬ

Прозрачность воды зависит от ее цвета и мутности. Воду, в зависимости от степени прозрачности, условно подразделяют на: 1) прозрачную, 2) слабоопалесцирующую, 3) опалесцирующую, 4) слегка мутную, 5) мутную, 6) сильно мутную.

Мерой прозрачности служит высота столба воды, при которой можно различать шрифт, результаты указывают в сантиметрах. Прозрачность воды определяют в нефльтрованной пробе, не консервируют. Определение производят сразу после взятия пробы или не позднее, чем через сутки.

#### О п р е д е л е н и е п о ш р и ф т у

Измерение прозрачности с помощью шрифта проводят в лабораторных условиях. Исследуемую воду перед определением хорошо взбалтывают и наливают в цилиндр. Цилиндр из бесцветного стекла с плоским дном должен иметь внутренний диаметр



2,5 см, высоту не менее 30 см и градуировку в сантиметрах. Цилиндр ставят на специальную подставку, которая удерживает его неподвижно на высоте 4 см от шрифта и не мешает чтению шрифта.

Добавляя или отливая воду из цилиндра, находят предельную высоту столба воды, при которой возможно чтение шрифта.

Определение производят на расстоянии 1 м от окна при рассеянном дневном освещении, измерение повторяют несколько раз и за окончательный результат принимают среднее значение. Образцы шрифта см. в приложении 6.

### З А П А Х

Запах воды вызывает летучие пахнущие вещества.

Для правильной оценки запаха воды важно знать его происхождение. Запахи по характеру разделяют на две группы:

а) естественного происхождения (землистый, болотный, сероводородный и др.);

б) искусственного происхождения (нефтепродуктов, хлора и др.).

Определение запаха производят вскоре после отбора пробы. Запах воды, подвергаемой хлорированию, устанавливают через 30 мин после введения хлора. Пробы воды не фильтруют и не консервируют.

Характер и интенсивность запаха определяют органолептически.

Определение проводят при комнатной температуре (18–20°C) и при нагревании (50–60°C).

В коническую колбу вместимостью 250 мл отбирают 100 мл исследуемой воды, колбу закрывают хорошо подобранным часовым стеклом. Сильно взбалтывают, сдвигают часовое стекло в сторону и органолептически определяют характер запаха.

Определение при нагревании проводят так же, только предварительно исследуемую воду нагревают до 50–60°C.

## ВЗВЕШЕННЫЕ ВЕЩЕСТВА

Вещества присутствующие в воде разделяют на растворенные и взвешенные. Шахтные воды и вода водоемов содержат обычно, кроме истинно растворенных веществ, коллоидно-растворенные и взвешенные частицы различной степени дисперсности.

"Взвешенные вещества" - это вещества, которые остаются на фильтре при том или ином способе фильтрации.

Для определения взвешенных веществ применяют фильтрацию через различные пористые материалы: слой асбеста, бумажные или мембранные фильтры, стеклянные фильтрующие пластинки.

В шахтных водах и воде водоемов рекомендуется определять взвешенные вещества фильтрацией через мембранные фильтры или бумажные фильтры "синяя лента". Шахтные воды могут содержать частицы с крупностью  $< 1$  мкм, поэтому определение взвешенных веществ в них фильтрацией через бумажный фильтр "синяя лента" является приближенно-количественным и может быть рекомендовано только при отсутствии мембранных фильтров.

Наиболее полно взвешенные вещества отделяют от воды фильтрацией через мембранные фильтры.

В результатах анализа указывают, какие фильтры были использованы при определении.

Воду отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, не консервируют. Пробы обрабатывают сразу или не позднее, чем через сутки после отбора.

Измерение взвешенных веществ можно проводить на приборе ФАВ-1, разработанном и выпускаемом институтом ВНИИСУголь.

О п р е д е л е н и е ф и л ь т р о в а н и е м  
ч е р е з м е м б р а н н ы й ф и л ь т р

П р и н ц и п м е т о д а .

Метод заключается в фильтрации отмеренного объема тщательно перемешанной пробы через мембранный фильтр и определении веса взвешенных веществ после высушивания при  $105^{\circ}\text{C}$  до постоянной массы.

Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а .

Минимальная определяемая концентрация 3 мг/л. Продолжительность определения единичной пробы без учета времени высушивания - 1,5-2 ч.

## Мешающие влияния.

Определению мешают маслянистые вещества, которые прилипают к стенкам стакана прибора и удерживают взвешенные частицы. В этом случае пробу отбирают так, чтобы исключить попадание поверхностной пленки. Ошибка определения может быть также обусловлена прилипанием взвешенных частиц к внутренней стенке стакана прибора. При изготовлении прибора внутренняя поверхность стакана должна быть гладкой.

## Приборы.

I. Прибор для фильтрации. Общий вид, детали прибора представлены на рис.2, 2а. Материал - органическое стекло.

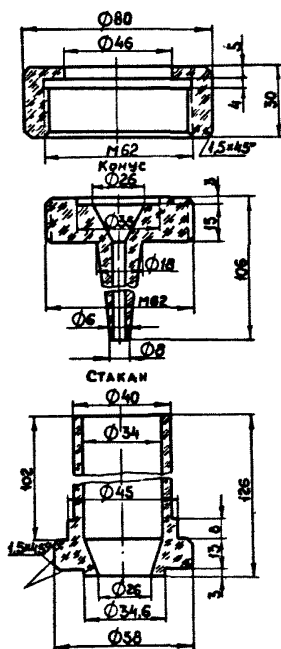
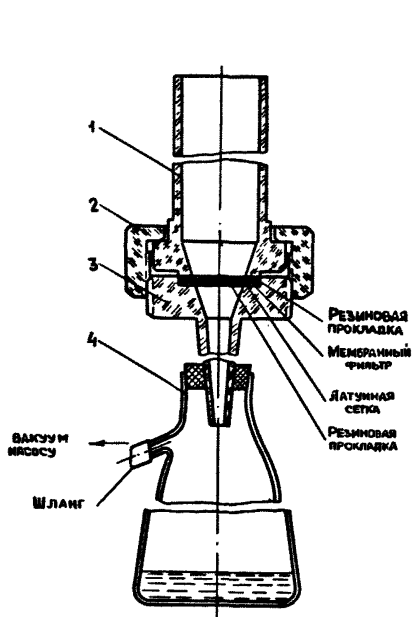


Рис.2. Прибор для фильтрации:

1 - стакан; 2 - гайка;  
3 - корпус; 4 - колба  
Бунзена

Рис.2а. Детали фильтрационного прибора

2. Насос для создания вакуума.

3. Бюксы, стеклянные или металлические, доведенные до постоянной массы при  $60^{\circ}\text{C}$  и  $105^{\circ}\text{C}$ .

4. Мембранные фильтры № 3 - 6.

Подготовка фильтров.

Помеченные с матовой стороны карандашом фильтры помещают в стакан с дистиллированной водой, нагревают до  $60-70^{\circ}\text{C}$  и воду сливают. Так повторяют 2-3 раза, затем кипятят 5-10 мин. В стакан погружают небольшой грузик, чтобы фильтры при кипячении не всплывали и не скручивались. Влажные мембранные фильтры подсушивают на фильтровальной бумаге, помещают по 2-3 шт. в бюксу, предварительно доведенную до постоянной массы при  $60^{\circ}\text{C}$ , высушивают в сушильном шкафу при  $60^{\circ}\text{C}$  в течение 1 ч., охлаждают в эксикаторе 30-40 мин и взвешивают на аналитических весах. Высушивание повторяют до постоянной массы. Время повторного высушивания 30 мин. За постоянную массу принимают результат повторного взвешивания, когда он совпадает с предыдущей массой или отличается не более, чем на 0,5 мг.

Ход определения.

Прибор для фильтрования соединяют с насосом, мембранный фильтр, предварительно доведенный до постоянной массы, закрепляют в приборе меткой вверх и фильтруют через него отобранный мерным цилиндром определенный объем исследуемой воды в зависимости от содержания взвешенных веществ:

предполагаемое содержание взвешенных веществ, мг/л			
3-5	6-50	50-100	более 100
объем пробы, л			
1,0	0,5	0,25	0,1

Во всех случаях привес на фильтре должен быть не менее 3-5 мг и не более 100 мг. Если фильтрат мутный, его вторично пропускают через тот же фильтр. При уменьшении скорости фильтрования в прибор закрепляют второй и третий фильтры, которые сушились в одной бюксе. Приставшие к стенкам цилиндра в прибора частицы смывают дистиллированной водой на мембранный фильтр. Фильтры кладут в бюксу, доведенную до постоянной массы при  $105^{\circ}\text{C}$ , сушат сначала на воздухе, а затем в сушильном

шкафу при 105°C в течение часа, охлаждают в эксикаторе и взвешивают на аналитических весах. Так повторяют до постоянной массы.

Р а с ч е т.

Содержание взвешенных веществ ( $X_1$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{(m_1 - m_2 - m_3) 1000}{V}$$

где  $m_1$  - масса боксы с мембранными фильтрами и осадком после сушки, мг;

$m_2$  - масса мембранных фильтров, мг;

$m_3$  - масса боксы, мг;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

О к р у г л е н и е	р е з у л ь т а т о в
Диапазон, мг/л	Округление, мг
до 1000	до I
1000	10

О п р е д е л е н и е ф и л ь т р о в а н и е м  
ч е р е з б у м а ж н ы й ф и л ь т р  
( п р и б л и ж е н н о - к о л и ч е с т в е н н о е )

Х о д о п р е д е л е н и я.

Фильтр "синяя лента" помещают в боксу, доведенную до постоянной массы при 105°C, и высушивают в сушильном шкафу 2 ч при той же температуре. Затем помещают в эксикатор на 40 мин. и взвешивают на аналитических весах. Высушивание повторяют до постоянной массы.

Объем воды, необходимый для определения, зависит от содержания в ней взвешенных веществ и может быть найден по следующим данным:

предполагаемое содержание взвешенных веществ, мг/л				
менее 10	10-50	50-100	100-500	более 500
объем пробы, л				
2,0	1,0	0,5	0,25	0,1

Привес на фильтре должен быть не менее 5-10 мг.

Пробу тщательно перемешивают и быстро, не давая осесть взвесу, отбирают мерным цилиндром необходимое для определения

количество воды и фильтрует через подготовленный бумажный фильтр. Если фильтрат мутный, его следует профильтровать вторично через тот же фильтр. Оставшийся на стенках цилиндра осадок смывает дистиллированной водой на фильтр, промывает его еще 1-2 раза дистиллированной водой и переносит фильтр с осадком в биксу, доведенную до постоянной массы при 105°C. Высушивают 2 ч при 105°C, охлаждают в эксикаторе 40 мин. и взвешивают на аналитических весах. Высушивание повторяют до постоянной массы. Время повторного высушивания - 40-60 мин.

Расчет содержания взвешенных веществ и округление результатов см. на стр.28.

#### О с т а т о к   п о с л е   п р о к а л и в а н и я

Мембранный или улажный фильтр с осадком, высушенный до постоянной массы, осторожно помещают в фарфоровый тигель, предварительно доведенный до постоянной массы при 600°C, и сжигают. Зола в тигле прокалывают при 600°C 30 мин., охлаждают 1 ч в эксикаторе и взвешивают. Прокалывание повторяют до постоянной массы.

#### Р а с ч е т.

Содержание прокаленных взвешенных веществ - остаток после прокалывания ( $x_2$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$x_2 = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где  $m_1$  - масса фарфорового тигля с золой, мг;

$m_2$  - масса пустого фарфорового тигля, мг;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

Потерю при прокалывании ( $x_3$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$x_3 = x_1 - x_2,$$

где  $x_1$  - содержание взвешенных веществ, мг/л;

$x_2$  - остаток после прокалывания, мг/л.

Округление результатов см. на стр.28.

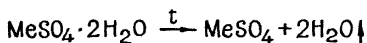
## СУХОЙ ОСТАТОК

Сухой остаток — это общая масса веществ, полученная после выпаривания профильтрованной воды и последующего высушивания осадка, в мг/л. Сухой остаток характеризует минерализацию воды и содержание органических примесей, устойчивых при температуре высушивания остатка. Величину сухого остатка определяют гравиметрически. Метод применим для соленоватых и пресных шахтных вод с  $\text{pH} > 6,5$ . При правильно выполненном химическом анализе воды сумма катионов и анионов, выраженная в миллиграммах, должна быть близка к величине сухого остатка. Следует помнить при этом, что в вышеуказанной сумме гидрокарбонат-ион  $\text{HCO}_3^-$  должен быть представлен лишь в половинном количестве, поскольку, в процессе выпаривания воды досуха он разлагается по уравнению:  $2\text{HCO}_3^- \rightarrow \text{CO}_3^{2-} + \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O} \uparrow$ . В виде  $\text{CO}_2$  и паров воды теряется (не войдет в вес сухого остатка) 0,5 весового количества гидрокарбонат-иона. Для определения сухого остатка пробу отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, не консервируют. Определение проводят параллельно с химическим анализом воды.

Определение сухого остатка при  $180^\circ\text{C}$ .

### П р и н ц и п м е т о д а

При выпаривании профильтрованной исследуемой пробы на водяной бане досуха на дне выпарительной чашки остаются соли при высушивании которых при  $180^\circ\text{C}$  достигается практически полное удаление сорбированной влаги и значительной части кристаллизационной воды кристаллогидратов. Гидрокарбонаты переходят при этом в средние соли:



### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Относительное стандартное отклонение при минерализации 200–5000 мг/л не превышает 3%.

### Мешающие влияния.

Определению мешают взвешенные вещества, которые следует отфильтровать через плотный фильтр "снятая лента". Если фильтрат мутный, его повторно фильтруют через тот же фильтр.

### Ход определения.

В фарфоровой чашке, высушенной до постоянной массы при 180°C, выпаривают на водяной бане такой объем профильтрованной исследуемой воды (50-250 мл), чтобы вес сухого остатка в чашке был не менее 10 мг. Когда весь объем воды будет выпарен досуха, чашку с осадком высушивают в сушильном шкафу при 180°C в течение 3 ч, охлаждают в эксикаторе 30 мин. и взвешивают на аналитических весах. Высушивание осадка повторяют до постоянной массы. Время повторного высушивания 1 ч. При повторном взвешивании на чашку весов сначала помещают разновес. Если разность между двумя взвешиваниями не превышает 0,0005 г, определение считают законченным.

### Расчет.

Содержание растворенных веществ (сухой остаток) (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(m_2 - m_1) \cdot 1000}{V},$$

где  $m_2$  - масса чашки с сухим остатком, мг;

$m_1$  - масса чашки, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

### Округление результатов

Диапазон, мг/л

до 1000

> 1000

Округление, мг

до 1

10

### ВОДОРОДНЫЙ ПОКАЗАТЕЛЬ (pH)

Водородный показатель принято выражать величиной pH, представляющей собой десятичный логарифм концентрации ионов водорода, взятый с обратным знаком:

$$[H^+] = 10^{-pH}; \quad pH = -\lg[H^+]$$



Концентрация водородных ионов в интервале от 1 до  $10^{-14}$  мг-экв/л соответствует величине pH от 0 до 14.

Величина pH является важным показателем кислотности или щелочности воды. В пресных и солоноватых шахтных водах водородный показатель обусловлен отношением концентраций свободной  $\text{CO}_2$  и гидрокарбонатов. На величину pH может оказать влияние повышенное содержание карбонатов и гидроксидов, гидролизующихся солей и другие факторы. Для определения pH во всех типах шахтных вод рекомендуется электрометрический метод.

Пробы не консервируют, определение проводят в первые сутки после отбора.

### Э л е к т р о м е т р и ч е с к о е о п р е д е л е н и е р Н

#### П р и н ц и п м е т о д а.

Определение pH основано на измерении потенциала стеклянного электрода, зависящего от концентрации ионов водорода в исследуемом растворе.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а.

Погрешность измерения определена технической характеристикой на прибор.

#### М е н а ю щ и е в л и я н и я.

Меняющие влияния при измерении pH шахтных вод отсутствуют.

#### П р и б о р ы и р е а к т и в ы.

1. Л а б о р а т о р н ы й р Н - м е т р с о  
с т е к л я н н ы м э л е к т р о д о м.

2. В е щ е с т в а д л я п р и г о т о в л е н и я  
о б р а з ц о в ы х б у ф е р н ы х р а с т в о р о в  
д л я р Н - м е т р и (н а б о р ф и к с а н а л о в).

#### Х о д о п р е д е л е н и я.

Измерение величины pH производят в соответствии с инструкцией, прилагаемой к прибору.

## ЩЕЛОЧНОСТЬ, ГИДРОКАРБОНАТЫ, КАРБОНАТЫ

Под общей щелочностью воды понимают сумму содержащихся в ней гидрокарбонатных, карбонатных, гидроксидных ионов и ионов других слабых кислот. В шахтных водах, как и в воде водоемов, щелочность в основном обусловлена гидрокарбонатными и карбонатными ионами и колеблется от нескольких мг-экв до десятков мг-экв/л.

Для определения общей щелочности, карбонатных и гидрокарбонатных ионов в шахтных водах рекомендуются два метода:

- титрование с индикатором;
- электрометрическое титрование.

Метод электрометрического титрования рекомендуется для неокрашенных, окрашенных и мутных вод.

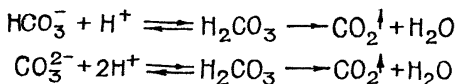
Вода, содержащая карбонатные ионы, имеет pH выше 8,3 и от прибавления фенолфталеина окрашивается в розовый цвет, гидрокарбонатные ионы не изменяют окраску фенолфталеина. Следовательно, карбонатные ионы могут быть оттитрованы кислотой до перехода окраски фенолфталеина из розовой в бесцветную или по pH-метру до pH - 8,3. Последующим титрованием в присутствии метилового оранжевого или по прибору до pH - 4,5 определяют гидрокарбонатные ионы.

Определение щелочности должно проводиться вскоре после отбора или не позднее, чем через 24 ч. Пробу отбирают в полиэтиленовую или стеклянную посуду, заполняя водой до пробки, не консервируют.

### О п р е д е л е н и е   о б щ е й щ е л о ч н о с т и

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на взаимодействии гидрокарбонатных и карбонатных ионов с сильной кислотой с образованием  $H_2CO_3$ , которая диссоциирует на  $CO_2$  и  $H_2O$ .



Титрование пробы воды кислотой производят в присутствии индикатора или электрометрически до  $\text{pH} = 4,5$ .

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая величина общей щелочности  $0,5 \text{ мг-экв/л}$ . Относительное стандартное отклонение при щелочности от  $5$  до  $20 \text{ мг-экв/л}$  составляет  $2\%$  ( $n = 15$ ). Продолжительность определения единичной пробы  $10 \text{ мин}$ .

#### М е ш а ю щ е е в л и я н и я

Определению мешает двуокись углерода, растворенная в воде, а также выделяющаяся в процессе титрования. Ее влияние устраняют продуванием пробы воздухом во время титрования. При визуальном титровании с индикатором мешают взвешенные вещества, которые удаляют фильтрованием пробы, остаточный "активный" хлор и цветность воды. Мешающее влияние "активного" хлора устраняют добавлением эквивалентного количества  $0,1 \text{ N}$  раствора тиосульфата натрия. При интенсивной окраске воды рекомендуется использовать метод электрометрического титрования.

#### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Лабораторный  $\text{pH}$ -метр.
2. Магнитная мешалка.
3. Соляная кислота,  $0,1 \text{ N}$  раствор. Готовят из фиксаналя.
4. Фенолфталеин,  $1\%$ -ный раствор. Растворяют  $1 \text{ г}$  фенолфталеина в  $100 \text{ мл}$  этилового спирта.
5. Метиловый оранжевый,  $0,05\%$ -ный раствор. Растворяют  $0,05 \text{ г}$  метилового оранжевого в  $100 \text{ мл}$  горячей дистиллированной воды и после охлаждения фильтруют.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

В коническую колбу отмеряют  $100 \text{ мл}$  профильтрованной исследуемой воды или меньший ее объем, доведенный до  $100 \text{ мл}$  прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой, прибавляют  $2$  капли метилового оранжевого, удаляют двуокись углерода продуванием через пробку воды воздуха. Для этого используют резиновую грушу со стеклянной трубкой или бытовой микроскомпрессор. Не прекращая продувания воздуха, пробу титруют рас-

твором соляной кислоты до перехода окраски раствора из желтой в оранжевую.

При электрометрическом определении титруют нефилтрованную пробу на рН-метре со стеклянным измерительным и хлорсеребряным вспомогательным электродами до рН = 4,5. Для перемешивания пробы используют магнитную мешалку.

При менее строгих требованиях к точности определения щелочности титрование проводят без продувания воздухом.

#### Р а с ч е т

Общую щелочность ( $X$ ) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot N \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора соляной кислоты;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

#### О п р е д е л е н и е   г и д р о к а р б о н а т о в п р и   о т с у т с т в и и   к а р б о н а т о в

Если исследуемая вода после введения фенолфталеина остается бесцветной, в ней карбонат-ионы отсутствуют. В этом случае определение гидрокарбонат-ионов проводят так же, как и определение общей щелочности.

#### Р а с ч е т

Содержание гидрокарбонатов ( $X_1$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{\alpha \cdot N \cdot 61 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора соляной кислоты;

$V$  - объем исследуемой воды, мл;

61 - эквивалентный вес гидрокарбонат-иона.

О п р е д е л е н и е   к а р б о н а т о в   и  
г и д р о к а р б о н а т о в   п р и   н х  
с о в м е с т н о м   п р и с у т с т в и и

В коническую колбу отбирают 100 мл исследуемой воды. Пробу воды с высокой щелочностью ( $> 10$  мг-экв/л) берут в меньшем количестве и доводят объем до 100 мл прокипяченной и охлажденной дистиллированной водой. Прибавляют 2 капли фенолфталеина и окрашенную в красный цвет пробу (рН воды  $> 8,3$ ) осторожно по каплям титруют соляной кислотой до обесцвечивания раствора. Пробу воды во время титрования продувают воздухом, как указано выше (см. с. 34). Отмечают объем израсходованной кислоты. Далее к раствору добавляют 2 капли метилового оранжевого и титруют так же, как при определении общей щелочности, отмечают расход кислоты.

При электрометрическом определении отмечают объем израсходованной кислоты на титрование исследуемой воды до рН - 8,3, а затем расход кислоты при титровании пробы до рН - 4,5.

Р а с ч е т

Содержание карбонатов ( $X_2$ ) и гидрокарбонатов ( $X_1$ ) в мг/л рассчитывают по формулам

$$x_2 = \frac{2 \cdot a \cdot N \cdot 30 \cdot 1000}{V},$$

где  $a$  - объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование с фенолфталеином или при электрометрическом определении до рН - 8,3, мл;

$N$  - нормальность раствора соляной кислоты;

$V$  - объем исследуемой воды, мл;

30 - эквивалентный вес карбонат-иона;

$$x_1 = \frac{(a_1 - a) \cdot N \cdot 61 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha_1$  - объем раствора соляной кислоты, израсходованного на титрование с метиловым оранжевым или при электрометрическом определении от pH 8,3 до 4,5, мл;

61 - эквивалентный вес гидрокарбонат-иона.

Округление результатов

Диапазон, мг-экв/л	Округление, мг-экв
1,0 - 30,0	0,1
мг/л	мг
60 - 1200	1
1200 - 1800	10

### КИСЛОТНОСТЬ

Кислотность шахтных вод обусловлена содержанием гидролизующихся сернокислых солей железа, алюминия и др. металлов, а в редких случаях присутствием свободной кислоты. Определение кислотности не является обязательным и его проводят тогда, когда требуется знать общее количество загрязняющих компонентов (в основном ионов железа (II, III) и алюминия) для ориентировочного расчета расхода реагента при нейтрализации кислых шахтных вод.

Общую кислотность определяют электрометрическим титрованием пробы на воздухе, определение является приближенным. При необходимости получения более точных результатов, пробу титруют в токе азота.

Определение свободной кислоты как одного из компонентов, составляющих кислотность, выполняют также, т.е. электрометрическим титрованием в токе азота. Пробы не консервируют, анализ выполняют в день отбора.

Э л е к т р о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е   о б щ е й   к и с л о т н о с т и

П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на электрометрическом титровании компонентов, обуславливающих кислотность, раствором щелочи.

## Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 1-2 мг-экв/л. Относительно стандартное отклонение для диапазона концентраций от 5 до 30 мг-экв/л при титровании в токе азота составляет 3-4% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения кислотности в единичной пробе - 15 мин.

### М е ш а ю щ и е   в л и я н и я

Мешающие влияния при электрометрическом определении кислотности отсутствуют.

### П р и б о р ы   и   р е а к т и в ы

1. Лабораторный рН-метр со стеклянным электродом.

2. Магнитная мешалка.

3. Едкий натр, 0,1 N раствор. Готовят из фиксанала. Нормальность раствора устанавливают по 0,1 N раствору щавелевой кислоты в присутствии фенолфталеина (1%-ный спиртовой раствор). Раствор щавелевой кислоты готовят из фиксанала. Раствор едкого натра хранят в склянке, закрытой резиновой пробкой с хлоркальциевой трубкой, наполненной натральной известью.

### Х о д   о п р е д е л е н и я

В стакан отбирают такой объем пробы, чтобы на титрование расходовалось 7-10 мл раствора щелочи, доводят объем до 50 мл дистиллированной водой и титруют раствором едкого натра при перемешивании с помощью магнитной мешалки на рН-метре до рН-9,5.

### Р а с ч е т

Общую кислотность ( $X$ ) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V},$$

где  $a$  - объем раствора едкого натра, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора едкого натра;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

При электрометрическом определении общей кислотности в

токе азота используют установку, которая применяется для определения свободной кислоты. Титрование ведут до рН - 9,5.

### Электрометрическое определение свободной кислоты в токе азота

#### Принцип метода

Метод основан на электрометрическом титровании свободной кислоты раствором щелочи в токе азота, исключающем окисление железа (II) в ходе титрования.

#### Характеристика метода

Относительное стандартное отклонение при концентрации свободной кислоты от 2 до 20 мг-экв/л составляет 5% ( $n=10$ ).

Продолжительность определения свободной кислоты в единичной пробе 1-1,5 часа.

#### Мешающие влияния

Определению мешают все компоненты составляющие кислотность - железо (II, III), алюминий и другие металлы. Влияние железа (II) исключают титрованием пробы в токе азота. Железо (III) титруется вместе с кислотой. Устранение его влияния предусмотрено в ходе определения.

#### Приборы и реактивы

1. Лабораторный рН-метр со стеклянным электродом.

2. Установка для титрования (рис.3) в токе азота включает: стеклянный сосуд для титрования, биретку, склянку с тубусом для раствора щелочи, склянки Дрекселя, магнитную мешалку, баллон с азотом.

Стеклянный сосуд (А) объемом ~ 150 мл с диаметром ~ 60 мм после приливания пробы закрывают резиновой пробкой с смонтированными в нее стеклянным электродом (1), электролитическим ключом (2), термометром (3), носиком биретки с раствором щелочи (4, 5) и двумя трубками для ввода и вывода азота (9, 10). Поступающий в сосуд азот предварительно очищают пропусканием через склянку Дрекселя с раствором пирогаллола. Через боковую трубку (6) при титровании в биретку попадает



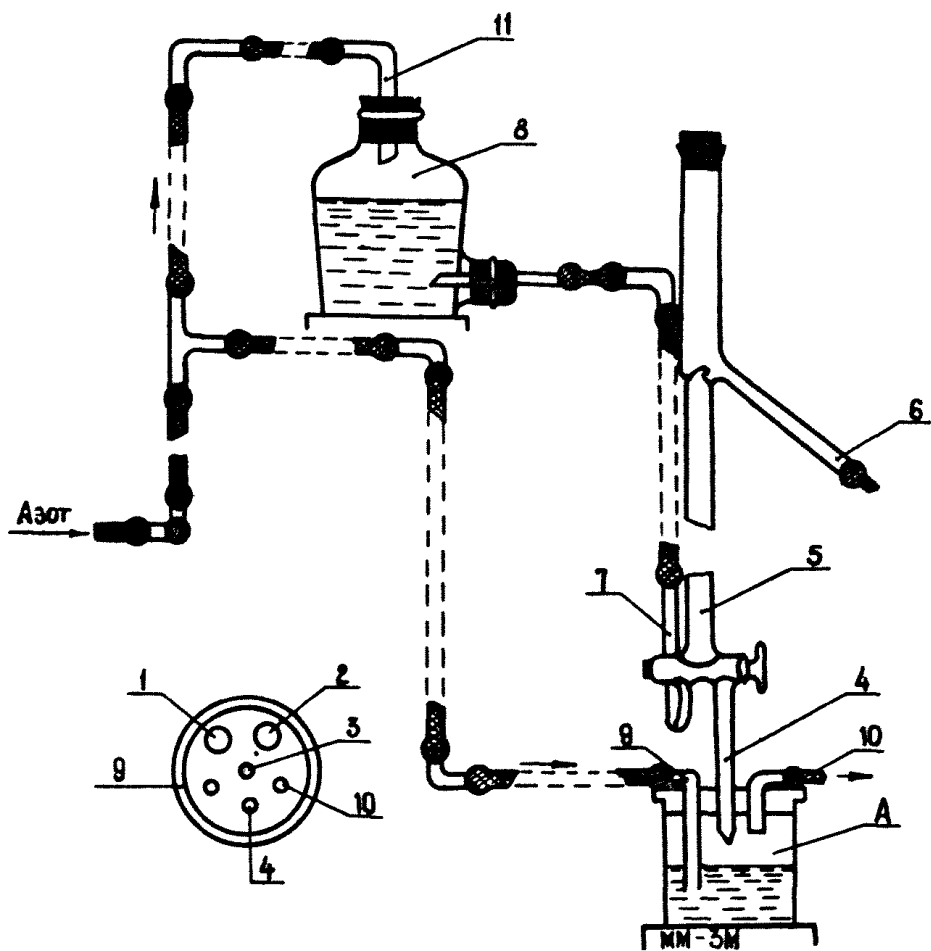


Рис.3. Установка для определения свободной кислоты при титровании в токе азота

воздух, также пропущенный через раствор пирогаллала. Через трубку (7) из склянки (8) в бюретку поступает раствор щелочи, освобожденный от кислорода продуванием азота. Склянку с трубкой (8) для раствора щелочи закрывают пробкой со стеклянной трубкой (II), соединенной с баллоном азота через склянку с раствором пирогаллала. Бюретку наполняют раствором щелочи под давлением азота.

3. Е д к и й н а т р , 0,1 N р а с т в о р . Приготовление см. на с. 38.

4. П и р о г а л л о л , щ е л о ч н о й р а с т в о р . Растворяют 40 г пирогаллала в 200 мл дистиллированной воды. Отдельно в 80 мл дистиллированной воды растворяют 120 г едкого кали.

Растворы смешивают непосредственно перед заполнением склянок Дрекслера в соотношении 1:6. В щелочном растворе пирогаллол быстро окисляется кислородом воздуха и поглощательная способность его резко снижается.

Вместо пирогаллала может быть применен пирогаллол А. Растворяют 24 г пирогаллала А в 160 мл 21%-ного раствора едкого кали. В коническую колбу вместимостью 250 мл помещают навеску пирогаллала А и раствор едкого кали, плотно закрывают колбу корковой пробкой и взбалтывают до полного растворения реактива. Растворение пирогаллала А сопровождается разогреванием. Полученный темно-коричневый раствор охлаждают до комнатной температуры. Раствор хранят в склянке из темного стекла с плотной пробкой.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Анализ производят из двух одновременно отобранных одинаковых порций исследуемой воды. В одной из них определяют содержание железа (III) комплексонометрическим методом. Другую порцию отбирают в стеклянный сосуд установки, плотно закрывают пробкой и пропускают через исследуемый раствор азот в течение 10–15 мин. Не прекращая тока азота, пробу медленно титруют раствором щелочи, записывая при различных значениях pH (2,7; 2,8; 2,9 ... 5,0) количество израсходованного раствора щелочи. Строят графики в координатах pH – мл раствора едкого натра. Записывают соответствующее первому перегибу кривой ко-

личество щелочи, израсходованное на титрование суммы свободной кислоты и железа (III). Перегиб кривой бывает, как правило, в интервале рН 3,5-3,8.

#### Р а с ч е т

Содержание свободной кислоты (X) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$x = \left( \frac{\alpha \cdot N \cdot 1000}{V} \right) - B,$$

где  $\alpha$  - объем раствора едкого натра, израсходованного на титрование суммы свободной кислоты и железа (III), мл;

$N$  - нормальность раствора едкого натра;

$V$  - объем исследуемой воды, мл;

$B$  - количество окисного железа в исследуемой воде, определенное комплексонометрически, мг-экв/л (эквивалент железа равен 18,5167).

При электрометрическом титровании щелочью вахтовых вод, содержащих значительное количество железа (III), наблюдается следующая особенность. Содержание железа (III) в мг-экв/л, определенное комплексонометрическим методом, превышает величину кислотности в мг-экв/л (свободная кислота + железо III). Это означает, что свободная кислота в исследуемой воде отсутствует. При этом отрицательная величина соответствует количеству группы  $(OH)^-$  в мг-экв/л, входящих в состав гидроксокомплексов окисного железа.

Округление результатов

Диапазон, мг-экв/л	Округление, мг-экв
2,00 - 8,00	0,01
8,0 - 30,0	0,1

## ОКИСЛЯЕМОСТЬ

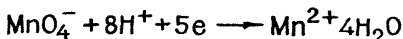
Величина, характеризующая содержание в воде органических и неорганических веществ, окисляемых одним из сильных химических окислителей при определенных условиях, называется окисляемостью. Величина окисляемости шахтных вод колеблется в пределах от нескольких мг до десятков мг/л и в случае невысоких концентраций неорганических восстановителей служит показателем органического загрязнения воды. В зависимости от природы окислителя различают перманганатную и бихроматную окисляемость. Наиболее высокая степень окисления достигается бихроматным методом. Окисляемость, определенную бихроматным методом, называют химическим потреблением кислорода (ХПК). Для определения окисляемости в нейтральных (солончатых) шахтных водах рекомендуются методы: перманганатный (метод Кубеля) и бихроматный (ускоренное определение). Результаты, полученные при ускоренном определении бихроматной окисляемости, необходимо периодически сравнивать с 2-часовым методом. Основным условием получения сопоставимых данных о содержании органических веществ в шахтных водах является строгое соблюдение методики анализа: концентрация окислителя, температура, pH и др. Бихроматная окисляемость более правильно характеризует содержание в пробе органических веществ.

Определение окисляемости вод, содержащих небольшое количество взвешенных веществ, производят в нефльтрованной воде. При значительном содержании взвешенных веществ отбирают осветленную часть пробы после отстаивания. Если анализ сразу выполнить невозможно, пробы консервируют раствором серной кислоты (1:3) из расчета 5 мл на 100 мл пробы при определении перманганатной окисляемости и концентрированной серной кислоты (пл. 1,84) из расчета 1 мл на 1 л при определении бихроматной окисляемости. Консервированные пробы хранят при температуре 3-5°C в течение суток. Пробы отбирают в стеклянную посуду.

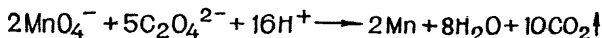
## О п р е д е л е н и е п е р м а н г а н а т н о й о к и с л я е м о с т и в к и с л о й с р е д е

### П р и н ц и п м е т о д а

Окисление проводят раствором перманганата калия в серно-кислой среде при кипячении, при этом  $\text{KMnO}_4$  восстанавливается



Не вступивший в реакцию перманганат калия восстанавливают щавелевой кислотой



Избыток щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия.

Степень окисления органических веществ сильно зависит от концентрации окислителя, поэтому количество органических веществ в пробе должно быть таким, чтобы после реакции оставалось не менее 40–50% перманганата калия. Определение окисляемости загрязненных вод производят после разбавления пробы биодистиллятом.

### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая величина окисляемости 2 мгО/л. Относительное стандартное отклонение при величине окисляемости 2–50 мгО/л равно 7% ( $n = 15$ ). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Установлению органического загрязнения шахтных вод мешают нитриты, железо (II), сульфиды и другие неорганические восстановители, способные окисляться перманганатом в кислой среде. Чтобы устранить их влияние, отбирают в реакционную колбу 100 мл исследуемой воды, прибавляют 5 мл раствора серной кислоты и титруют 0,01 N раствором перманганата калия на холоде

до получения устойчивой бледно-розовой окраски раствора. Затем добавляют 10 мл раствора перманганата калия и продолжают, как указано в ходе определения.

Если содержание перечисленных минеральных восстановителей меньше 0,5 мг/л, то их присутствием можно пренебречь.

Хлориды до 1500 мг/л практически не мешают определению окисляемости. При более высоких концентрациях хлоридов ошибка определения несколько увеличивается.

#### Р е а к т и в ы.

Все реактивы готовят на бидистилляте, полученном перегонкой дистиллированной воды из кислой среды в присутствии перманганата калия.

1. С е р н а я к и с л о т а, х.ч., разбавленная (1:3) и окисленная перманганатом калия. В три объема бидистиллята осторожно вливают один объем концентрированной серной кислоты (пл. I, 84), прибавляют 0,1N раствор перманганата калия до слабо-розовой окраски. Смесь кипятят 30 мин, добавляя еще раствор перманганата, если розовая окраска исчезает. Раствор серной кислоты после охлаждения должен иметь слегка розовую окраску.

2. Щ а в е л е в а я к и с л о т а  $(\text{COOH})_2 \cdot 2 \text{H}_2\text{O}$ , 0,1N р а с т в о р. Готовят из фиксаля или растворяют 6,3030 г  $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , ч.д.а., в разбавленной (1:15) серной кислоте и доводят этим же раствором до 1 л в мерной колбе. Раствор сохраняют в темной склянке; устойчив около полугода.

3. Щ а в е л е в а я к и с л о т а, 0,01N р а с т в о р. Доводят 100 мл 0,1N раствора щавелевой кислоты до 1 л разбавленной (1:15) серной кислотой в мерной колбе. Титрованный раствор можно также приготовить растворением 0,6303 г  $(\text{COOH})_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , ч.д.а., в разбавленной (1:15) серной кислоте и доведением той же кислотой до 1 л в мерной колбе.

4. П е р м а н г а н а т к а л и я  $\text{KMnO}_4$ , 0,1N р а с т в о р. Готовят из фиксаля или растворяют 3,2 г  $\text{KMnO}_4$ , ч.д.а., в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л. Раствор хранят в темной склянке, пригоден для использования через 2-3 недели.

5. Перманганат калия, 0,01N раствор. Для приготовления 0,01N раствора берут отстоявшийся 0,1N раствор перманганата калия и разводят в мерной колбе в 10 раз бидистиллятом. Раствор хранят в темной склянке.

Коэффициент поправки к нормальности определяют в день проведения анализа. Для этого в колбу для определения окисляемости отбирают 100 мл бидистиллята (можно использовать оттитрованную пробу после определения окисляемости), прибавляют 10 мл 0,01N раствора маршевой кислоты и 5 мл разбавленной серной кислоты (кислоту не прибавляют, когда используют оттитрованную пробу после определения окисляемости). Смесь нагревают до кипения и горячую титруют раствором перманганата калия до слабо-розовой окраски.

Коэффициент поправки к нормальности раствора перманганата калия рассчитывают по формуле

$$K = \frac{10}{V},$$

где  $V$  - объем раствора перманганата калия, израсходованного на титрование 10 мл раствора маршевой кислоты, мл.

#### Х о д о п р е д е л е н и я .

В плоскодонную длинногорлую колбу вместимостью 250 мл (предварительно обработанную) наливают пипеткой 100 мл исследуемой воды, прибавляют 5 мл раствора серной кислоты, несколько кусочков пористого стекла или стеклянных капилляров, точно 10 мл 0,01N раствора перманганата калия, закрывают колбу пробкой - холодильником или воронкой и нагревают на электроплитке при максимальном нагреве до начала кипения, а затем, уменьшив нагрев, кипятят точно 10 мин. по секундомеру. Если во время кипячения розовая окраска перманганата калия в колбе исчезает, определение надо повторить вновь, разбавив исследуемую воду бидистиллятом. По окончании кипячения в горячий раствор приливают точно 10 мл 0,01N раствора маршевой кислоты. Обесцветившийся раствор титруют раствором перманганата калия до бледно-розового окрашивания. В случае необходимости определения окисляемости с разбавлением проводят холостое определе-

ние со 100 мл бидистиллята. В виде исключения допускается использование дистиллированной воды.

Для получения сравнимых результатов параллельных определений следует соблюдать следующие условия:

- применяемую посуду предварительно обрабатывать перманганатом калия в сернистой среде при кипячении: к 100 мл бидистиллята прибавляют 5 мл серной кислоты (1:3) и продолжают как указано в ходе определения;

- объем исследуемой воды, натуральной или разведенной, должен быть равен всегда 100 мл;

- продолжительность нагревания до начала кипячения должна быть кратковременной и по возможности всегда одинаковой, время кипячения от начала выделения пузырьков - точно 10 мин.;

- по окончании кипячения жидкость должна оставаться окрашенной в розово-фиолетовый цвет, указывающий на избыток перманганата калия, причем избыток его должен быть таким, чтобы на обратное титрование требовалось 2-5,5 мл раствора перманганата калия.

Р а с ч е т.

Величину перманганатной окисляемости (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a_1 - a_2) \cdot K \cdot 0,01 \cdot 8 \cdot 1000}{V},$$

где  $a_1$  - объем 0,01N раствора перманганата калия, израсходованного на титрование исследуемой пробы, мл;

$a_2$  - объем 0,01N раствора перманганата калия, израсходованного на титрование воды взятой для разбавления пробы, мл;

K - поправочный коэффициент для приведения концентрации раствора перманганата калия к точно 0,01N;

V - объем исследуемой воды, мл;

8 - эквивалент кислорода.

Округление результатов

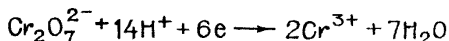
Диапазон, мг/л	Округление, мг
2,0 - 30,0	0,1
30 - 50	1



## Ускоренное определение бихроматной окисляемости

### Принцип метода.

Окисление органических веществ бихроматом калия протекает в сернокислой среде при кипячении, при этом хром (VI) восстанавливается



Для повышения степени окисления органических веществ прибавляют в пробу в качестве катализатора сульфат серебра. После окисления избыток бихромата калия (не менее 50%) оттитровывают раствором соли Мора.

### Характеристика метода.

Минимальная определяемая величина окисляемости 5 мгО/л. Рекомендуемый вариант метода применим для анализа пресных и солоноватых вод с окисляемостью 5–100 мгО/л. Относительное стандартное отклонение при величине окисляемости 10 мг и 80 мгО/л составляет соответственно 10 и 4% ( $n = 9$ ). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

### Мешающие влияния.

Определению мешают нитриты, железо (II), сульфиды, хлориды. При незначительном содержании нитритов, железа (II) (нитриты в следовых количествах, железо в пределах ПДК), их влиянием можно пренебречь. Сульфиты и сульфиды должны отсутствовать. Если концентрация вышеперечисленных неорганических восстановителей, кроме хлоридов, более 1 мг/л, их учитывают окислением пробы на холоде. Для этого в обработанную колбу отбирают 100 мл исследуемой воды, добавляют 5 мл раствора серной кислоты (1:3), 10 мл 0,01N раствора перманганата, хорошо перемешивают и приливают 10 мл 0,01N раствора павелевой кислоты. Обесцветившийся раствор титруют раствором перманганата калия до бледно-розовой окраски. Рассчитывают окисляемость в мгО/л (см. с. 47) и эту величину вычитают из найденной величины бихроматной окисляемости (в мгО/л). Влияние хлоридов устраня-

вт добавленной сульфата ртути (II) из расчета на 1 мг  $Cd^{2+}$  - 22,5 мг  $HgSO_4$ .

Р е а к т и в н ы .

1. Все реактивы готовят на бидистилляте (см. с. 45).

2. Серная кислота, х. ч., концент- р и р о в а н н а я (пл. 1,84).

3. Сульфат ртути (II), ч. д. а., сухой.

4. Сульфат серебра, 0,5%-ный раствор. Растворяют 4,6 г реактива, ч., в 500 мл концентрированной серной кислоты.

5. И н д и к а т о р . Готовят один из индикаторов.

а) ф е р р о н и . Растворяют 1,485 г о-фениantroлина и 0,685 г сульфата железа  $FeO_4 \cdot 7H_2O$ , ч. д. а., в бидистилляте и доводят объем до 100 мл;

б) N - ф е н и л а н т р а н и л о в а я к и с л о т а . Растворяют 0,25 г N -фенилантраниловой кислоты в 12 мл 0,1N раствора едкого натра и разбавляют бидистиллятом до 250 мл.

6. Б и х р о м а т к а л и я  $K_2Cr_2O_7$ , х. ч., 0,025N раствор. Растворяют 1,2258 г бихромата калия, предварительно высушенного в течение 2 ч при  $105^{\circ}C$ , в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л и раствор разбавляют до метки.

7. С о л ь М о р а ( а м м о н и й - ж е л е з о (II) с у л ь ф а т )  $FeSO_4 \cdot (NH_4)_2SO_4 \cdot 6H_2O$ , 0,025N раствор. Растворяют 9,8 г соли Мора, ч. д. а., в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л, прибавляют 20 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают и раствор разбавляют бидистиллятом до метки.

Нормальность раствора соли Мора устанавливают для каждой серии определений по раствору бихромата калия. Отбирают 25 мл раствора бихромата калия, разбавляют бидистиллятом до 250 мл, приливают 20 мл концентрированной серной кислоты, охлаждают полученную смесь, добавляют 2 капли феррона и титруют раствором соли Мора до кирпично-красного окрашивания.

Х о л д о п р е д е л е н и я .

20 мл исследуемой воды или меньший ее объем (не  $< 10$  мл), доведенный бидистиллятом до 20 мл, помещают в длинногорлую колбу с плоским дном вместимостью 250 мл. Прибавляют 0,4 г

сульфата ртути (II) (при содержании хлоридов в исследуемой воде  $> 1000$  мг/л количество сульфата ртути увеличивает исходя из расчета см. 49), 5 мл концентрированной серной кислоты для растворения сульфата ртути, 10 мл раствора бихромата калия (время стекания его, равное 1 мин., учитывают по секундомеру) в стеклянные шарики или кусочки пористого стекла. К смеси осторожно при перемешивании приливают (в виде струи) 25 мл раствора сульфата серебра в серной кислоте, горло колбы для предотвращения упаривания жидкости закрывают холодильником-насадкой, заполненной дистиллированной водой и кипятят точно 10 мин. (время по секундомеру). После кипячения жидкость должна оставаться окрашенной в желтый цвет, колбу охлаждают, обмывают нижнюю часть насадки небольшими порциями бидистиллята. Приливают в колбу 100 мл бидистиллята и смесь вновь охлаждают. Затем прибавляют две капли феррона и титруют раствором соли Мора до перехода сине-зеленой окраски индикатора в кирпично-красную. Не менее 5 мл раствора соли Мора должно идти на титрование.

Таким же образом проводят холостой опыт с 20 мл бидистиллята.

Для обеспечения установленной воспроизводимости результатов анализа необходимо соблюдать:

- максимальную чистоту посуды, реактивов, бидистиллята;
- равенство объемов кислоты и бихромата калия с исследуемой водой;
- одинаковые условия прибавления серной кислоты к пробе и перемешивания смеси;
- постоянные условия при кипячении пробы;
- проведение холостого опыта в двух-трех параллельных определениях.

**Р а с ч е т.**

Величину бихроматной окисляемости (X) в мгО/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(a_1 - a_2) \cdot N \cdot 8 \cdot 1000}{V},$$

- где  $A_1$  - объем раствора соли Мора, израсходованного на титрование в холостом опыте, мл;  
 $A_2$  - объем того же раствора, израсходованного на титрование исследуемой воды, мл;  
 $N$  - нормальность раствора соли Мора;  
 $V$  - объем исследуемой воды, мл;  
 $8$  - эквивалент кислорода.

### Двухчасовой метод определения бихроматной окисляемости

Определение проводят в круглодонных колбах с обратными холодильниками на шлифах с теми же объемами и концентрациями реактивов и исследуемой воды (см. раздел "Ускоренное определение бихроматной окисляемости" с.48). Время кипячения увеличивает до 2 часов.

При величине окисляемости выше 100 мгО/л в ускоренном варианте и в стандартном методе определения бихроматной окисляемости используют 0,25N растворы бихромата калия и соли Мора. Объемы и порядок внесения реактивов сохраняются те же, что в прописи ускоренного метода (см. с.49).

Округление результатов

Диапазон, мгО/л	Округление, мг
5,0 - 20,0	0,1
20 - 80	1

### РАСТВОРЕННЫЙ КИСЛОРОД

Кислород является одним из присутствующих в водах растворенных газов, содержание которого имеет большое значение при оценке качества вод. Растворенный кислород находится в виде молекул  $O_2$ . Растворимость его в воде растет с понижением температуры, минерализации и повышением давления.

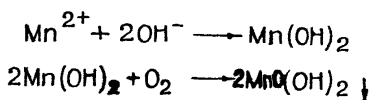
Для определения растворенного кислорода в пресных и солоноватых шахтных водах с рН не менее 6,5 (после очистных сооружений) рекомендуется иодометрический метод.

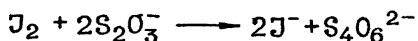
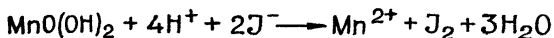
Пробы для определения кислорода отбирают в калиброванные кислородные склянки вместимостью 100–300 мл с притертыми пробками. Кислородную склянку перед отбором 2–3 раза ополаскивают, а затем заполняют исследуемой водой, погружая ниже уровня воды; склянка должна быть заполнена водой до края и не иметь внутри и на стенках пузырьков воздуха. Во время отбора пробы измеряется и записывается температура воды. При отборе проб из водных объектов кислородные склянки заполняют исследуемой водой из батометра с помощью сифона – резиновой трубки, один конец которой опускают до дна склянки и после полного ее наполнения оставляют для свободного вытекания ~ 100–300 мл воды (в зависимости от объема кислородной склянки). Сразу же после отбора проб кислород фиксируют: в склянку с пробой воды вводят 1 мл раствора хлорида марганца и 1 мл щелочного раствора нитрата калия, погружая пипетки до дна кислородной склянки; после внесения реактивов склянку быстро закрывают пробкой, строго следя за тем, чтобы под пробкой не осталось пузырьков воздуха, содержимое склянки тщательно перемешивают и доставляют в лабораторию. Пробы анализируют не позднее, чем через сутки после фиксации растворенного кислорода.

### Иодометрическое определение кислорода

#### Краткий метод.

Метод основан на том, что  $Mn^{2+}$  ( $Mn$ ) в щелочной среде количественно взаимодействует с кислородом, растворенным в исследуемой воде. Образующееся при этом нерастворимое соединение  $Mn(OH)_2$  ( $Mn$ ) (бурый осадок) выделяет при подкислении раствора в присутствии иодидов  $KI$ , количество которого эквивалентно содержанию растворенного кислорода и определяется титрованием раствором тиосульфата натрия.





### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а .

Относительное стандартное отклонение при концентрациях 6–10 мгО<sub>2</sub>/л не превышает 1% (n = 10). Продолжительность определения единичной пробы ~ 1 ч.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я .

Определению кислорода мешают нитриты в количестве > 0,1 мг N /л, железо (III) - > 1 мг/л, железо (II), органические вещества (окисляемость воды > 15 мг/л) и другие окислители и восстановители, взвешенные вещества. В связи с тем, что растворенный кислород определяют в мутных водах после очистных сооружений взвешенные вещества практически не мешают. Влияние нитритов устраняют перед растворением осадка гидроксидов в кислоте добавлением нескольких капель 5%-ного водного раствора азидата натрия или мочевины. При наличии железа (II) вводится поправка на количество кислорода, эквивалентное концентрации железа (II): 1 мг/л железа (II) вызывает потерю 0,14 мг/л растворенного кислорода.

### П р и б о р ы и р е а к т и в ы .

1. К и с л о р о д н ы е с к л я н к и с п р и т е р т ы м и п р о б к а м и в м е с т и м о с т ь ю 100 - 300 мл. Калибрование склянок производят на технических весах: чисто вымытую и высушенную склянку с пробкой взвешивают с точностью до 0,01 г, затем наполняют ее до краев дистиллированной водой с температурой 15, 20 или 25°C, закрывают пробкой так, чтобы не осталось пузырьков воздуха, вытирают досуха и снова взвешивают с точностью до 0,01 г; объем склянки (V) с точностью до 0,01 мл рассчитывают по формуле

$$V = \frac{m_1 - m_2}{d},$$

где  $m_1$  - масса склянки с водой, г;

$m_2$  - масса склянки пустой, г;

$d$  - плотность воды при температуре взвешивания, г/см<sup>3</sup>  
( $d$  при 15, 20 и 25°C равны соответственно 0,998;  
0,997; 0,996 г/см<sup>3</sup>).

2. Бихромат калия, 0,1N стандартный раствор. Растворяют 4,9030 г перекристаллизованного бихромата калия,  $K_2Cr_2O_7$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. Для перекристаллизации 50 г бихромата калия растворяют в 50 мл дистиллированной воды, нагретой до кипения, горячий раствор фильтруют, охлаждают льдом, выпавшие кристаллы отфильтровывают и высушивают сначала на воздухе, а затем в сушильном шкафу при 180-200°C 1-1,5 ч. Раствор можно приготовить из фиксажа.

3. Бихромат калия, 0,01N стандартный раствор. Готовят разведением 0,1N раствора бихромата калия в 10 раз.

4. Хлорид или сульфат марганца. Растворяют 425 г хлорида марганца,  $MnCl_2 \cdot 4H_2O$ , х.ч., или 480 г сульфата марганца,  $MnSO_4 \cdot 4H_2O$ , х.ч., в 500 мл дистиллированной воды и разбавляют до 1 л. Раствор очищают следующим образом: на каждые 100 мл прибавляют 0,5 г безводного карбоната натрия, отстаивают в течение суток, а затем фильтруют.

5. Иодид калия, щелочной раствор. Растворяют 700 г едкого кали, х.ч., или 500 г едкого натра, х.ч., в таком количестве дистиллированной воды, чтобы объем раствора не превысил 800 мл, дают осадку отстояться и прозрачный раствор сливают. Отдельно растворяют 150 г иодида калия, х.ч., в 100 мл воды. Растворы щелочи и иодида калия сливают вместе и объем раствора доводят дистиллированной водой до 1 л, хранят в склянке из темного стекла под корковой или резиновой пробкой.

6. Серная кислота концентрированная (пл. 1,84), х.ч.

7. Крахмал, 0,5%-ный раствор. Растворяют 0,5 г растворимого крахмала,  $(C_6H_{10}O_5)_n$ , х.ч., в 100 мл холодной

дистиллированной воды и нагревает раствор до кипения при перемешивании.

8. Т и о с у л ь ф а т   н а т р и я , 0,1N р а с т в о р .  
Растворяют 25,0000 г тиосульфата натрия,  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , х.ч. в дистиллированной воде, освобожденной от углекислого газа (дистиллированную воду кипятят 30 мин. и охлаждают до комнатной температуры в колбе, закрытой пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью), в мерной колбе вместимостью 1 л. Раствор консервируют 3 мл хлороформа, хранят в склянке из темного стекла под пробкой, в которую вставлена хлоркальциевая трубка с натронной известью. Раствор можно приготовить из фиксаля.

9. Т и о с у л ь ф а т   н а т р и я , 0,01N р а с т в о р .  
Готовят разведением 0,1N раствора тиосульфата натрия в 10 раз. Нормальность 0,01N раствора тиосульфата устанавливают по 0,01N стандартному раствору бихромата калия: в коническую колбу на 250 мл всыпают 0,5 г сухого иодида калия, растворяют его в 5 мл дистиллированной воды, прибавляют 2 мл серной кислоты (если раствор пожелтеет, прибавляют несколько капель раствора тиосульфата натрия до обесцвечивания), затем приливают точно 20 мл раствора бихромата калия, 50 мл дистиллированной воды, закрывают колбу пробкой и ставят смесь на 5 мин. в темное место, по истечении которых титруют выделившийся иод раствором тиосульфата натрия до бледно-желтого окрашивания, прибавляют 1 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синего окрашивания. Нормальность раствора тиосульфата натрия рассчитывают по формуле

$$N = \frac{20 \cdot 0,01}{V},$$

где  $V$  - объем раствора тиосульфата, израсходованного на титрование, мл.

Х о д   о п р е д е л е н и я .

В кислородную склянку после отстаивания осадка вносят 2 мл серной кислоты (объем жидкости, вытесненной при этом, для анализа значения не имеет), закрывают пробкой и содержимое



тщательно перемешивают до полного растворения осадка. Индикатор, окрашенный в желтый цвет от выделившегося иода, переливают в коническую колбу вместимостью 250–500 мл, ополаскивают склянку небольшим количеством дистиллированной воды, и титруют раствором тиосульфата натрия до бледно-желтой окраски. Затем приливают 1 мл раствора крахмала и продолжают титрование до исчезновения синей окраски.

**Р а с ч е т.**

Содержание кислорода (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 8 \cdot 1000}{V - 2},$$

где  $a$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

$N$  – нормальность раствора тиосульфата натрия;

8 – эквивалентный вес кислорода;

$V$  – объем исследуемой воды, мл;

2 – объем реактивов, взятых для фиксации кислорода, мл.

Степень насыщения воды кислородом (Y) в процентах рассчитывают по формуле

$$Y = \frac{X \cdot 100}{X_0},$$

где  $X$  – содержание кислорода в исследуемой воде, найденное путем анализа, мг/л;

$X_0$  – равновесная концентрация кислорода для температуры воды, измеренной при отборе пробы, с поправкой на атмосферное давление.

Величину  $X_0$  вычисляют по формуле

$$X_0 = C \cdot \frac{P}{760},$$

где  $O$  - величина равновесной концентрации кислорода, найденная по табл.4 для данной температуры воды, мг/л;

$P$  - атмосферное давление, мм рт.ст.

Влияние солей, растворенных в воде, сказывается на уменьшении растворимости кислорода на каждую 1000 мг солей в 1 л воды: на 0,084 мг/л - при температуре 0°C; на 0,062 мг/л - при 10°C; на 0,048 мг/л - при 20°C; на 0,041 мг/л - при 30°C.

Округление результатов

Диапазон, мг  $O_2$ /л

6,0 - 10,0

Округление, мг

0,1

## Х Л О Р

Содержание остаточного "активного" хлора определяется в шахтных водах после хлорирования, в поверхностных водах - в местах ниже сброса шахтных вод. Под термином "активный" хлор понимают суммарное содержание в воде: свободного хлора  $Cl_2$ , хлорноватистой кислоты  $HClO$ , гипохлорит-ионов  $ClO^-$  и хлораминов  $NH_2Cl$ ,  $NHCl$ , определять которые рекомендуется йодометрическим методом.

При определении "активного" хлора необходимо иметь в виду его нестойкость вследствие окисления им органических и минеральных веществ и разложения под влиянием солнечного света. Поэтому определение "активного" хлора необходимо производить немедленно после отбора пробы. Пробы нельзя консервировать, их отбирают в бутылки из темного стекла.

### Йодометрическое определение остаточного "активного" хлора

#### П р и н ц и п м е т о д а .

Метод основан на окислении иодида калия до иода "активным" хлором, содержащимся в исследуемой воде.

Выделившийся иод оттитровывают тиосульфатом натрия в присутствии крахмала.

Таблица 4

58

Равновесные концентрации кислорода для вычисления степени насыщения воды кислородом

Температура, °C	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
0	14,65	14,61	14,57	14,53	14,49	14,45	14,41	14,37	14,33	14,29
1	14,25	14,21	14,17	14,13	14,09	14,05	14,02	13,98	13,94	13,90
2	13,86	13,82	13,79	13,75	13,71	13,68	13,64	13,60	13,56	13,53
3	13,49	13,46	13,42	13,38	13,35	13,31	13,28	13,24	13,20	13,17
4	13,13	13,10	13,06	13,03	13,00	12,96	12,93	12,89	12,86	12,82
5	12,79	12,76	12,72	12,69	12,66	12,62	12,59	12,56	12,53	12,49
6	12,48	12,43	12,40	12,35	12,33	12,30	12,27	12,24	12,21	12,18
7	12,14	12,11	12,08	12,05	12,02	11,99	11,96	11,93	11,90	11,87
8	11,84	11,81	11,78	11,75	11,72	11,70	11,67	11,64	11,61	11,58
9	11,55	11,52	11,49	11,47	11,44	11,41	11,38	11,35	11,33	11,30
10	11,27	11,24	11,22	11,19	11,16	11,14	11,11	11,08	11,06	11,03
11	11,00	10,98	10,95	10,93	10,90	10,87	10,85	10,82	10,80	10,77
12	10,75	10,72	10,70	10,67	10,65	10,62	10,60	10,57	10,55	10,52
13	10,50	10,48	10,45	10,43	10,40	10,38	10,36	10,33	10,31	10,28
14	10,26	10,24	10,22	10,19	10,17	10,15	10,12	10,10	10,08	10,06
15	10,03	10,01	9,99	9,97	9,95	9,92	9,90	9,88	9,86	9,84

Продолжение табл.4

Темпера- тура, оС	0,0	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5	0,6	0,7	0,8	0,9
16	9,82	9,79	9,77	9,75	9,73	9,71	9,69	9,67	9,65	9,63
17	9,61	9,58	9,56	9,54	9,52	9,50	9,48	9,46	9,44	9,42
18	9,40	9,38	9,36	9,34	9,32	9,30	9,29	9,27	9,25	9,23
19	9,21	9,19	9,17	9,15	9,13	9,12	9,10	9,08	9,06	9,04
20	9,02	9,00	8,98	8,97	8,95	8,93	8,91	8,90	8,88	8,86
21	8,84	8,82	8,81	8,79	8,77	8,75	8,74	8,72	8,70	8,68
22	8,67	8,65	8,63	8,62	8,60	8,58	8,56	8,55	8,53	8,52
23	8,50	8,48	8,46	8,45	8,43	8,42	8,40	8,38	8,37	8,35
24	8,33	8,32	8,30	8,29	8,27	8,25	8,24	8,22	8,21	8,18
25	8,18	8,16	8,14	8,13	8,11	8,10	8,08	8,07	8,06	8,04
26	8,02	8,01	7,99	7,98	7,96	7,95	7,93	7,92	7,90	7,89
27	7,87	7,86	7,84	7,83	7,81	7,80	7,78	7,77	7,75	7,74
28	7,72	7,71	7,69	7,68	7,66	7,65	7,64	7,62	7,61	7,59
29	7,58	7,56	7,55	7,54	7,52	7,51	7,49	7,48	7,47	7,45
30	7,44	7,42	7,41	7,40	7,38	7,37	7,35	7,34	7,32	7,31

## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а .

Иодометрический метод предназначен для анализа воды с содержанием "активного" хлора более 0,3 мг/л при объеме пробы 250 мл. Относительное стандартное отклонение для всего диапазона концентраций составляет 5% ( $n = 15$ ). Продолжительность определения единичной пробы 10 мин.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я .

Титрование затруднено при наличии мелкодисперсной взвеси и значительной окраски воды.

### Р е а к т и в ы .

1. Иодид калия, х. ч., сухой.

2. Буферный раствор,  $pH = 4,5$ . Наливают в мерную колбу вместимостью 1 л 102 мл 1М уксусной кислоты (57,1 мл ледяной уксусной кислоты доводят до метки дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 1 л) и 98 мл 1М раствора ацетата натрия (36,1 г кристаллической соли в 1 л раствора), доводят до метки дистиллированной водой. Дистиллированную воду, применяемую для приготовления буферного раствора, предварительно кипятят для удаления углекислоты.

3. Тиосульфат натрия, 0,01Н раствор (приготовление см. на с.55). 0,005Н раствор готовят разбавлением 0,01Н раствора в 2 раза.

4. Крахмал, 0,5% раствор (приготовление см. с.54).

### Х о д о п р е д е л е н и я .

В коническую колбу с притертой стеклянной пробкой насыпают 0,5 г иодида калия, которые растворяют в 1-2 мл дистиллированной воды, затем добавляют буферный раствор в количестве, приблизительно равном полуторной величине щелочности исследуемой воды (например, при щелочности, равной 4 мг-экв/л, добавляют 6 мл буферного раствора) и, наконец, 100-250 мл исследуемой воды. Колбу закрывают пробкой и ставят на 5 мин. в темное место. Выделившийся иод оттитровывают 0,01Н раствором тиосульфата натрия (при содержании "активного" хлора выше 1 мг/л) или 0,005Н раствором тиосульфата натрия (при содержании "активного" хлора менее 1 мг/л) до слабо-желтого окрашивания, после чего прибавляют 1 мл раствора крахмала и дотитровывают до исчезновения синей окраски.

### Р а с ч е т.

Содержание "активного" хлора (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 35,5 \cdot 1000}{V},$$

где  $a$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора тиосульфата натрия;

35,5 - эквивалентный вес хлора;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

### Округление результатов

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,05 - 1,00	0,05
1,0 - 2,0	0,1
2,0 - 5,0	0,2

### ХЛОРОПОГЛОЩАЕМОСТЬ

К пробе исследуемой воды прибавляют известное количество "активного" хлора. После требуемого времени стояния в темноте при 20°C определяют непоглощенное количество хлора йодометрически. В результатах анализа указывают время контакта.

### Р е а к т и в ы

#### Х л о р в а я в о д а.

Концентрированный стандартный раствор. Через промывалку с дистиллированной водой пропускают слабой струей газообразный хлор. После насыщения полученный раствор хранят в холодном месте в темной склянке с притертой пробкой. Перед применением определяют йодометрически содержание хлора в растворе. Для приготовления концентрированного раствора можно использовать гипохлорит. Основываясь на результатах определения концентрации полученного раствора, его разбавляют дистиллированной водой с нулевой хлоропоглощаемостью так, чтобы концентрация была 1000 мг хлора в 1 л, т.е. 1 мл раствора содержал 1 мг хлора

Проверку проводят следующим образом. В коническую колбу, снабженную притертой пробкой, вливают 2 мл ледяной уксусной кислоты, прибавляют 50 мл дистиллированной воды, около 1 г йодида калия. После его растворения приливают 5 мл анализируемой хлорной воды, закрывают колбу пробкой и перемешивают. Затем титруют 0,01N раствором тиосульфата натрия в присутствии крахмала. Расход тиосульфата натрия должен составить 14,1 мл.

Приготовление реактивов изложено в разделе "Иодометрическое определение остаточного "активного" хлора".

#### Х о д о п р е д е л е н и я

В пять конических колб с притертыми пробками наливают по 1 л исследуемой воды. В зависимости от характера исследуемой воды прибавляют от 1,0 до 10,0 мл концентрированной стандартной хлорной воды на 1 л пробы, закрывают пробками и перемешивают. В зависимости от выбранного времени контакта (15, 30, 60 или 120 мин) пробы выдерживают в темноте при 20°C. По истечении времени раствор в колбах вновь перемешивают и определяют хлор в пробах йодометрическим методом (см. с.60). Для титрования берут из серии первую пробу, в которой присутствует непоглощенный хлор (выделяется йод при добавлении KI).

#### Р а с ч е т

Хлорпоглощаемость (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$x = \alpha - \beta,$$

где  $\alpha$  - количество хлора, добавленного в пробу, мг/л;

$\beta$  - количество остаточного "активного" хлора в той же пробе, мг/л.

### БИОХИМИЧЕСКОЕ ПОТРЕБЛЕНИЕ КИСЛОРОДА (БК)

Биохимическое потребление кислорода исследуемой воды соответствует количеству растворенного кислорода, которое требуется для окисления в аэробных условиях легко окисляющегося органического вещества в результате протекания биохимических процессов.

Для пресных и солоноватых шахтных вод с pH 6-9 рекомендуется метод определения БК полного с разбавлением.

Для относительно "чистых" шахтных вод, в которых величина БПК<sub>полн.</sub> не превышает 6 мгО<sub>2</sub>/л, определение БПК можно проводить без разбавления.

Определение проводят в шахтной воде после очистных сооружений.

Пробы отбирают в стеклянную посуду, не консервируют и обрабатывают в течение 24 ч, после отбора сохраняя для замедления биохимических процессов при 3-4°C.

### О п р е д е л е н и е   Б П К   п о л н о г о с   р а з б а в л е н и е м

#### П р и н ц и п   м е т о д а .

В результате протекания биохимических процессов с участием кислорода, его содержание в воде уменьшается. Величину БПК определяют по разности между содержанием кислорода в пробах до и после инкубации при 20°C, без доступа воздуха и света.

#### М е ш а ю щ е   в л и я н и я .

В воды, содержащие остаточный "активный" хлор до 1 мг/л, вносят эквивалентное количество тиосульфата натрия.

В шахтных водах наряду с окислением углеродсодержащих соединений происходит окисление азотсодержащих соединений (нитрификация). Для подавления жизнедеятельности нитрифицирующих бактерий инкубацию необходимо проводить в присутствии ингибитора. В качестве ингибитора можно применять тиомочевину, которую вводят в разбавляющую воду в количестве 0,5 мг/л.

#### П р и б о р ы   и   р е а к т и в ы .

1. К и с л о р о д н ы е   с к л я н к и   с   прилифованной пробкой вместимостью 100-300 мл, калиброванные с точностью до 0,01 мл (см. с.53). Слянки должны быть тщательно вымыты.

2. Т е р м о с т а т , установленный на 20°C с допустимым отклонением ±1°C, целесообразно применять термостат с водяным охлаждением для поддержания указанной температуры в летний период.

3. Р е а к т и в ы , необходимые при определении растворенного кислорода (см. с.54).



4. Р а з б а в л я ю щ а я в о д а. Используют насыщенную кислородом дистиллированную воду, на 1 л которой в качестве питательных солей для жизнедеятельности микроорганизмов вносят в день применения по 1 мл следующих растворов:

а) ф о с ф а т н ы й б у ф е р н ы й р а с т в о р,  $pH = 7,2$ . Растворяют 0,85 г однозамещенного фосфата калия,  $KH_2PO_4$ , х.ч., 2,175 г двузамещенного фосфата калия  $K_2HPO_4 \cdot 3H_2O$  х.ч., 3,34 г двузамещенного фосфата натрия  $NaH_2PO_4 \cdot 2H_2O$ , х.ч., и 0,17 г хлорида аммония  $NH_4Cl$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл;

б) с у л ь ф а т м а г н и я. Растворяют 2,25 г сульфата магния  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл;

в) х л о р и д к а л ь ц и я. Растворяют 2,75 г безводного хлорида кальция  $CaCl_2$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл;

г) х л о р и д ж е л е з а. Растворяют 0,125 г хлорида железа  $FeCl_3 \cdot 6H_2O$ , ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 мл.

Для создания оптимальных условий протекания процессов биохимического окисления в разбавляющую воду прибавляют воду того водоема, куда поступает шахтная вода, в количестве 10–50 мл на 1 л разбавляющей воды; объем внесенной воды должен быть таким, чтобы БПК<sub>полн.</sub> разбавляющей воды было в пределах 0,3–0,6 мг  $O_2$ /л. Разбавляющая вода должна иметь температуру 20°C, содержать 8–9 мг/л растворенного кислорода, она может быть использована только в день ее приготовления.

Х о д о п р е д е л е н и я.

Разбавление исследуемой воды разбавляющей водой ориентировочно рассчитывают по результатам определения бихроматной окисляемости (ХПК). Условно принимают, что биохимическое потребление кислорода равно 50% ХПК, а так как в воде после инкубации должно остаться не менее 3–4 мг/л кислорода, вычисленное значение БПК делят на 5, полученный результат показывает во сколько раз нужно разбавить исследуемую воду.

П р и м е р.

ХПК шахтной воды 40 мг $O$  /л. Принимают БПК равным 50%

бихроматной окисляемости, то есть  $20 \text{ мгO}_2/\text{л}$ . Для определения величины разбавления делит 20 на 5 ( $20:5=4$ ). Можно делать два разбавления, условно принимая, что БПК составляет 40 и 60% от ХПК, при таких разбавлениях, как правило, получают хорошие результаты; наиболее правильным считается результат определения при том разведении, при котором было израсходовано  $\sim 50\%$  первоначально присутствующего кислорода.

Разбавление производят следующим образом. Шахтную воду насыщают кислородом, для чего наливают в стакан или широкогорлую колбу и аэрируют энергичным перемешиванием. В мерную колбу вместимостью 1 л наливают разбавляющую воду до половины объема колбы, прибавляют пипеткой или мерной колбой точно определенное количество аэрированной исследуемой воды и доводят объем раствора до метки разбавляющей водой, колбу закрывают пробкой и тщательно перемешивают содержимое, переворачивая колбу 15-16 раз. Необходимо следить за тем, чтобы разбавляющая вода и полученная в результате разбавления смесь имели температуру  $20^\circ\text{C}$ , а pH смеси была в пределах 7,2-8,0. Разбавленной шахтной водой наполняют четыре (100% параллельность) калиброванные склянки так, чтобы вода переливалась через край, дают склянкам постоять 2-3 мин. открытыми для выделения избытка воздуха, после чего осторожно закрывают притертыми пробками так, чтобы под ними не осталось пузырьков воздуха. Таким же образом наполняют четыре калиброванные склянки разбавляющей водой. В четырех склянках (в двух - с разбавленной пробой и в двух - с разбавляющей водой) определяют растворенный кислород, время между разбавлением пробы, наполнением кислородных склянок и фиксированием кислорода должно быть 1 ч. Остальные склянки помещают в термостат при  $20^\circ\text{C}$ . Для контроля процесса нитрификации в термостат ставят шесть калиброванных склянок или пробирок с притертыми пробками, заполненных разбавленной пробой (содержание нитритов в разбавленной пробе определяют предварительно), в которых через 2, 5, 10, 20 и 25 суток от начала инкубации определяют содержание нитритов. Если в пробе начался процесс нитрификации, что обнаруживает по появлению в воде нитритов в концентрации  $0,1 \text{ мг/л}$  (или увеличению начальной концентрации нитритов на

0,1 мг/л), инкубацию заканчивают и определяют растворенный кислород. После всего периода инкубации остаточная концентрация кислорода в воде должна быть не менее 3-4 мг/л.

**Р а с с е т.**

Величину БПК полного  $X$  (в  $\text{мгO}_2/\text{л}$ ) за... суток, при разбавлении ... рассчитывают по формуле

$$X = X_1 \cdot n - [X_2(n-1)],$$

где  $X_1$  - БПК<sub>полн.</sub> разбавленной исследуемой воды,  $\text{мгO}_2/\text{л}$ ;

$X_2$  - БПК<sub>полн.</sub> разбавляющей воды,  $\text{мгO}_2/\text{л}$ ;

$n$  - величина разбавления равная  $\frac{1000}{V}$  ( $V$  - объем исследуемой воды, взятой для анализа и разбавленной в мерной колбе до 1 л).

Величину БПК разбавленной исследуемой воды  $X_1$  и разбавляющей воды  $X_2$  (в  $\text{мгO}_2/\text{л}$ ) рассчитывают по формуле

$$X_1(X_2) = \left( \frac{\alpha_1 H_1}{V_1 - 2} - \frac{\alpha_2 H_2}{V_2 - 2} \right) \cdot 8 \cdot 1000,$$

где  $\alpha_1 H_1$  - объем и нормальность раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование при определении кислорода до инкубации, мл;

$\alpha_2 H_2$  - то же после инкубации в течение ... дней, мл;

$V_1$  - объем склянки, в которой проводилось определение кислорода до инкубации, мл;

$V_2$  - объем склянки, в которой проводилось определение кислорода после инкубации, мл;

2 - объем реактивов, прибавляемых в склянку для фиксации растворенного кислорода;

8 - эквивалентный вес кислорода.

При записи результатов указывают кратность разбавления пробы и данные об обработке пробы фильтрованием или отстаиванием.

Диапазон мг $O_2/l$	Округление мг
до 6,0	0,1
6,0 - 12,0	0,2
12,0 - 30,0	0,5

### АЗОТ АММОНИЙНЫЙ

Ионы аммония содержатся практически во всех видах вод. В шахтных водах и воде водоемов их количество колеблется от десятых долей до нескольких мг/л.

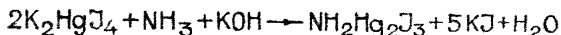
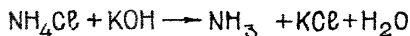
Для определения аммонийного азота рекомендуется фотометрический метод с реактивом Несслера, приемлемый для нейтральных шахтных вод любого состава и минерализации.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Если анализ не может быть выполнен в день отбора, пробы консервируют добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л воды и хранят при 3-4°C в течение 1-3 суток.

Фотометрическое определение азота аммонийного с реактивом Несслера

#### Принцип метода

Метод основан на взаимодействии йодно-ртутной соли и щелочи, содержащихся в реактиве Несслера, с ионами аммония с образованием комплексов, окрашенных в желтый цвет.



#### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация азота аммонийного - 0,05 мг/л. Относительное стандартное отклонение для всего диапазона определяемых концентраций не превышает 10% (n = 10). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

## Мешающее влияние

Определение мешают ионы магния и железа, образуя осадки (мут) при прибавлении реактива Несслера. Мешающее влияние ионов магния — до 150 мг/л и железа — до 4 мг/л устраняют в ходе анализа сегнетовой солью. При более высоком содержании указанных ионов применяют осаждение щелочью в присутствии коагулятора — сульфата цинка: к 100 мл исследуемой воды прибавляют 2 мл 10%-ного раствора сульфата цинка, 2 мл 25%-ного раствора едкого натра, дают осадку отстояться и отбирают для анализа 25–10 мл осветленного раствора. Если возникает необходимость (осадок не коагулируется), осадок отфильтровывают через минеральную вату или бумажный фильтр, тщательно промытый на воронке горячей дистиллированной, а затем безаммиачной водой (бидистиллатом) до отрицательной реакции на ион аммония с реактивом Несслера, первые порции фильтрата отбрасывают.

## Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Реактив Несслера. Применяют готовый реактив.
4. Безаммиачная вода (бидистиллят). Получают отгонкой дистиллированной воды, к которой добавляют карбонат натрия до pH 8 (контроль по универсальной индикаторной бумаге); первые 150–200 мл бидистиллята отбрасывают, а все последующие порции его, не содержащие иона аммония (проба с реактивом Несслера), собирают и хранят в склянке с притертой пробкой.
5. Сегнетова соль, 30%-ный раствор. Растворяют 30 г сегнетовой соли (калий-натрий виннокасиный), ч.д.а., в 70 мл бидистиллята, кипятят до выпадения солей, разбавляют до прежнего объема бидистиллатом и фильтруют через фильтр, предварительно отмытый горячей бидистиллятом до отрицательной реакции на ион аммония. Реактив хранят в склянке из темного стекла не более двух недель.
6. Сульфат цинка, 10%-ный раствор. Растворяют 10 г сульфата цинка,  $ZnSO_4$ , х.ч., в 90 мл бидистиллята, кипятят для удаления иона аммония до начала кристаллизации, после охлаждения разбавляют бидистиллатом до прежнего объема.

7. Е д к и й н а т р , 25%-ный раствор. Растворяют 25 г. одного натрия, т.ч., в 75 мл бидистиллята, кипятят до начала кристаллизации и разбавляют после охлаждения бидистиллятом до первоначального объема.

8. С т а н д а р т н ы е р а с т в о р ы с е р н о - к и с л о г о а м м о н и я :

А. О с н о в н о й р а с т в о р . Растворяют 4,7190 г сернокислого аммония,  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ , т.ч., в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 1 мг азота.

Б. Р а б о ч и й р а с т в о р . Готовят разбавлением основного раствора бидистиллятом в 100 раз. 1 мл раствора содержит 0,01 мг азота аммонийного. Раствор готовят непосредственно перед использованием.

К а л и б р о в о ч н ы й г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 0,2; 0,4; 0,8; 1,5; 3,0; 4,0; 6,6 мл рабочего раствора, ~ 30 мл бидистиллята, 2 мл селитровой соли, 2 мл реактива Несслера, перекипятят и доведут объем растворов до метки бидистиллятом. Концентрация полученных растворов соответственно равна: 0; 0,002; 0,004; 0,008; 0,015; 0,030; 0,040; 0,060 мг азота. Через 15 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФЭКс с синим светофильтром ( $\lambda = 400$  нм) в кюветках с толщиной слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта. Для наблюдения одинакового времени развития окраски реактив Несслера не прибавляют одновременно во все растворы калибровочного графика, обычно это прибавляют в три раствора и холостую пробу, а через 10 мин в следующие три раствора и новую холостую пробу. Строют калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация азота в мг. Калибровочный график проверяют с каждой новой партией реактива Несслера.

Х о д о п р е д е л е н и я

В первую колбу вместимостью 50 мл отбирают 25-10 мл префильтрованной через беззольный откидной фильтр "синяя лента" исследуемой воды (осветленного раствора или фильтрата), содержащей 0,002-0,026 мг азота аммонийного, и продолжают ход

анализа как при построении калибровочного графика. Концентрация азота в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание азота аммонийного (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V} ,$$

где C — концентрация азота аммонийного, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V — объем исследуемой воды, мл.

Коэффициент пересчета азота аммонийного на ионы аммония — 1,286.

#### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

0,05 — 5,00

Округление, мг

0,01

## Н И Т Р И Т Ы

Нитриты, являющиеся промежуточным продуктом биохимического окисления аммиака или восстановления нитратов, содержатся в шахтных водах в количествах от сотых долей до нескольких мг/л.

Для определения нитритов в пресных и солоноватых шахтных водах с нейтральной реакцией среды рекомендуется фотометрический метод с реактивом Грисса, обладающий высокой чувствительностью (молярный коэффициент погашения при  $\lambda = 520$  нм составляет  $4,0 \cdot 10^4$ ) и селективность.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Если анализ не может быть выполнен в день отбора, пробы консервируют добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л воды и хранят при 3-4°C в течение 1-3 дней.

## Фотометрическое определение нитритов с реактивом Грисса

### Принцип метода

Метод основан на диазотировании сульфаниловой кислоты нитрит-ионами и последующем взаимодействии полученной соли с  $\alpha$ -нафтиламином с образованием азо-красителя, окрашенного в розовый цвет. Реакция протекает в кислой среде.

### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 0,005 мг N/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,1-0,5 мг /л составляет 1% ( $n = 10$ ), для концентраций  $< 0,1$  мг N/л - 5% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 50 мин.

### Мешающие влияния

Определению мешают взвешенные вещества и мутность воды, поэтому перед анализом пробу необходимо профильтровать через фильтр "синяя лента". Если исследуемая вода окрашена природными органическими веществами и содержит коллоидную взвесь (мутность фильтрованием не устраняется), пробу осветляют гидроксидом алюминия: 100 мл пробы взбалтывают с 2 мл суспензии гидроксида алюминия, осадок после полного осветления пробы отфильтровывают через фильтр "синяя лента", в фильтрате, первые порции которого отбрасывают, определяют нитриты. Влияние железа (II, III) устраняют разбавлением исследуемой пробы дистиллированной водой или добавлением в анализируемый объем гексаметафосфата натрия (I мг железа (III) комплексуется  $\sim 2$  мл, железо (II)  $\sim 1$  мл гексаметафосфата натрия).

### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Цветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Реактив Грисса. Применяют готовый сухой реактив, растертый в ступке до однородной массы, или раствор, полученный следующим образом:

а) растворяют 1,00 г сульфаниловой кислоты в 100 мл дистиллированной воды;

б) растворяют 0,1 г  $\alpha$ -нафтиламина при 15-минутном кипячении в 100 мл дистиллированной воды, после охлаждения раствор



подкисляют 5 мл ледяной уксусной кислоты;

в) растворы сульфаниловой кислоты и  $\alpha$ -нафтиламина сливают вместе и хранят реактив в плотно закупоренной склянке из темного стекла, реактив должен быть бесцветным.

4. Г и д р о к с и д а л ю м и н и я , с у с п е н з и я . Растворяют 125 г алюмокалиевых или алюмоаммонийных квасцов, ч.д.а., в 1 л дистиллированной воды, нагревают раствор до 60°C и медленно, при перемешивании, прибавляют 55 мл раствора концентрированного аммиака (пл. 0,9), оставляют стоять на 1 ч. для выпадения осадка. Полученный осадок гидроксида алюминия промывают в большом стакане дистиллированной водой (многократной декантацией) до отрицательной реакции промывной воды на хлориды, нитриты и аммиак (проверка соответствующими реактивами). Свежеприготовленный флокулированный осадок гидроксида алюминия занимает объем около 1 л.

5. С т а н д а р т н ы е р а с т в о р ы н и т р и - т а н а т р и я .

А. О с н о в н о й р а с т в о р . Растворяют 0,497 г нитрида натрия,  $\text{NaN}_2$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг азота нитритов. Раствор устойчив в течение месяца.

Б. Р а б о ч и й р а с т в о р . Готовят разбавлением основного раствора в 100 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,001 мг азота нитритов. Раствор должен быть свежеприготовленным.

К а л и б р о в о ч н ы й г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего раствора, добавляя около 0,1 г сухого реактива Грисса (на кончике шпателя) или 5 мл его раствора, тщательно перемешивают и доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,0002; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,004; 0,005 мг азота нитритов. Через 40 мин. измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФСК с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм) в киветах с толщиной слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения холостой опыт. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация

азота нитритов в мг. Проверку или построение нового калибровочного графика производят раз в квартал при использовании сухого реактива Грисса или каждый раз с вновь приготовленным раствором реактива.

При отсутствии ФЭКа вместо калибровочного графика можно использовать стандартную шкалу, приготовленную аналогичным способом одновременно с исследуемой пробой.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

В мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 40-100 мл профильтрованной через фильтр "синяя лента" пробы, содержащей 0,0002-0,005 мг азота нитритов, прибавляют 0,1 г сухого реактива Грисса или 5 мл его раствора, тщательно перемешивают и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Через 40 мин. фотометрируют, как при построении калибровочного графика. Концентрацию азота нитритов в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание азота нитритов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация азота нитритов, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

Коэффициент пересчета азота нитритов на нитрит-ионы - 3,285.

#### О к р у г л е н и е    р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,005 - 0,1	0,001
0,1 - 0,5	0,01

## Н И Т Р А Т Ы

Нитраты содержатся практически во всех видах вод. В шахтных водах их количество колеблется от десятых долей до нескольких

мг /л.

Для определения нитратов рекомендуется фотометрический метод с салициловой кислотой, приемлемый для нейтральных шахтных вод любого состава и минерализации.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Если анализ не может быть выполнен в день отбора, пробы консервируют добавлением 2-4 мл хлороформа на 1 л воды и хранят при 3-4°C в течение 1-3 суток.

### Фотометрическое определение нитратов с салициловой кислотой

#### Принцип метода

Метод основан на реакции между салициловой кислотой и нитрат-ионами с образованием в кислой среде нитропроизводных фенола, которые в щелочной среде имеют желтый цвет.

#### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 0,1 мг N/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,1-0,5 мг N/л составляет 10% ( $n = 10$ ), для концентраций > 1 мг N/л - 6%. Продолжительность определения единичной пробы ~ 1 ч.

#### Мешающие влияния

Определению мешают хлориды в количестве 50 мг и сульфаты 25 мг в исследуемом объеме, в случае превышения указанных концентраций для анализа берут минимальный объем пробы. Мешающее влияние железа более 0,1 мг в определяемом объеме устраняют N-катионированием пробы. Нитрит-ионы в количестве более 2 мг/л удаляют выпариванием 20 мл пробы с 0,05 г сульфата аммония на водяной бане досуха.

#### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Салициловая кислота. Растворяют 10 г салициловой кислоты, ч.д.а., в 100 мл этилового спирта.
4. Едкий натр. Растворяют 30 г едкого натра, х.ч. или ч.д.а., в дистиллированной воде, объем раствора доводят до 100 мл.

5. Серная кислота, х.ч., концентрированная (пл. I,84).

6. Стандартные растворы нитрата калия

А. Основной раствор. Растворяют 0,7216 г нитрата калия, х.ч. или ч.д.а., предварительно высушенного при 105°C до постоянной массы, в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг азота нитратов. Раствор консервируют 1 мл хлороформа.

Б. Рабочий раствор. Готовят разведением основного раствора дистиллированной водой в 10 раз. 1 мл раствора содержит 0,01 мг азота нитратов. Раствор должен быть свежеприготовленным.

Калибровочный график

Для приготовления серии стандартных растворов в фарфоровые чашки вносят 0; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0; 4,0; 5,0 мл рабочего раствора и выпадивают содержимое чашек на водяной бане досуха. После охлаждения сухие остатки увлажняют салициловой кислотой (~15 капель), прибавляют 2,5 мл серной кислоты и тщательно растирают стеклянными палочками. Через 5 мин добавляют при перемешивании по 25 мл дистиллированной воды и по 15 мл раствора едкого натра, в присутствии нитрат-ионов растворы окрашиваются в желтый цвет. Содержимое чашек переносят в мерные колбы вместимостью 100 мл, чашки промывают небольшими порциями дистиллированной воды и доводят объемы растворов до метки. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг азота нитратов. Через 5 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФЭКе с синим светофильтром ( $\lambda = 400$  нм) в кюветках с толщиной слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения холостой опыт. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность — концентрация азота нитратов в мг. Проверку или построение нового калибровочного графика производят раз в квартал.

Ход определения

Отбирают 50–10 мл профильтрованной через фильтр "синяя лента" пробы, содержащей 0,005–0,050 мг азота нитратов (при pH < 7 пробу нейтрализуют 0,1 N раствором едкого натра — конт-

роль по универсальной индикаторной бумаге) и обрабатывает как при построении калибровочного графика. Если при добавлении едкого натра выпадает осадок и при доведении объема до 100 мл он не исчезает, раствор фильтруют перед фотометрированием. Концентрацию азота нитратов в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание азота нитратов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C — концентрация азота нитратов, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V — объем исследуемой воды, мл.

Коэффициент пересчета азота нитратов на нитрат-ион — 4,43.

О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,10 — 0,50	0,01
0,5 — 10	0,1

#### Ф О С Ф А Т Ы

Фосфор присутствует в шахтных водах в виде неорганических растворенных ортофосфатов. Концентрация фосфатов в шахтных водах составляет обычно сотые доли мг /л. Наиболее распространенным методом определения ортофосфатов является фотометрический метод, основанный на получении восстановленной фосфорно-молибденовой гетерополикислоты — "молибденовой сини". Метод применим для анализа нейтральных (солончатых) шахтных вод.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Если определение в день отбора невозможно, то пробы консервируют добавлением 2—4 мл хлороформа на 1 л воды и хранят при 3—4°C не более 3 суток.

# Фотометрическое определение фосфатов с молибдатом аммония

## Принцип метода

Метод основан на взаимодействии фосфатов с молибдатом аммония в кислой среде с образованием фосфорно-молибденовой гетерополиоксида  $H_7[PMo_2O_7]_6 \cdot 28H_2O$ , восстановлением ее аскорбиновой кислотой в присутствии сурьмяно-виннокислого калия до фосфорно-молибденового комплекса, окрашенного в голубой цвет.

## Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 0,025 мкг/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,05–5,0 мкг/л составляет 5% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 1 ч.

## Мешающие влияния

Определению мешают сульфиды и сероводород в концентрациях превышающих 3 мг  $S^{2-}$ /л. Влияние кремниевых кислот ( $> 100$  мг/л) и хлоридов ( $> 1000$  мг/л) устраняют разбавлением пробы перед анализом, железа ( $> 1$  мг/л) – Н-катионированием пробы, или прибавлением эквивалентного количества комплексона III (1 мг Fe связывает  $\sim 0,4$  мл 0,1 Н раствора комплексона III).

## Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Серная кислота. Приливает 70 мл концентрированной серной кислоты (пл. 1,84), х.ч., к 400 мл дистиллированной воды, после охлаждения объем раствора доводят до 500 мл.
4. Молибдат аммония. Растворяют 20 г молибдата аммония,  $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ , х.ч., в 500 мл дистиллированной воды, в случае появления мути раствор фильтруют.
5. Аскорбиновая кислота. Растворяют 1,32 г аскорбиновой кислоты,  $C_6H_8O_6$ , х.ч. или ч.д.а., в 75 мл дистиллированной воды. Раствор готовят в день определения.
6. Антимонилтарtrat калия. Растворяют 0,27 г сурьмяно-виннокислого калия,  $K(SbO)C_4H_4O_6 \cdot 0,5H_2O$ , х.ч., в 100 мл дистиллированной воды.

7. С м е ш а н н ы й   р е а к т и в. Смешивают 62,5 мл раствора серной кислоты с 18,8 мл раствора молибдата аммония, добавляют 37,5 мл раствора аскорбиновой кислоты и 6,2 мл раствора сурьмяно-виннокислого калия. Реактив хранят не более 24 ч.

8. С т а н д а р т н ы е   р а с т в о р ы   ф о с ф а т а   к а л и я:

А. О с н о в н о й   р а с т в о р. Растворяют 0,1757 г однозамещенного фосфата калия,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , х.ч., предварительно высушенного в течение 2 ч при  $105^\circ\text{C}$ , в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л, доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, добавляют 2 мл хлороформа, 1 мл раствора содержит 0,04 мг Р.

Б. Р а б о ч и й   р а с т в о р. Готовят разведением основного раствора в 40 раз. 1 мл раствора содержит 0,001 мг Р. Раствор готовят в день проведения анализа.

9. К о л о н к а   д л я   к а т и о н и р о в а н и я   п р о б ы. Подготовку колонки проводят так же, как в разделе "Титриметрическое определение сульфатов солью бария в присутствии нитромазо".

К а л и б р о в о ч н ы й   г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 8,0; 10,0 мл рабочего раствора фосфата калия, добавляют 8 мл смешанного реактива и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой, тщательно перемешивают. Концентрации полученных растворов соответственно равны 0; 0,001; 0,002; 0,003; 0,005; 0,008; 0,01 мг фосфора. Через 10 мин. измеряют оптическую плотность на ФЭКе с красным светофильтром ( $\lambda = 580 \text{ нм}$ ), в качестве раствора сравнения используют холостой опыт. Окраска комплекса устойчива 12 ч. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность – концентрация фосфора в мг. График проверяют по 2–3 точкам раз в квартал.

Х о д   о п р е д е л е н и я

В мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 40 мл профильтрованной через фильтр "синяя лента" пробы или элюата, полученного при катионировании пробы, содержащей от 0,001 до 0,010 мг фосфора, прибавляют 8 мл смешанного реактива, доводят дистил-

лированной водой до метки, тщательно перемешивают и через 10 мин. фотометрируют, как при построении калибровочного графика. Концентрацию фосфора в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание фосфора (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C — концентрация фосфора, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V — объем исследуемой воды, мл.

Коэффициент пересчета фосфора на фосфат-ионы — 2,55.

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,030 — 0,050	0,001
0,05 — 2,00	0,01
2,0 — 5,0	0,1

## С И Л И К А Т Ы

Кремний присутствует в водах в виде растворенных форм, к которым относятся кремниевая кислота и продукты ее диссоциации и ассоциации, поликремневые кислоты и органические соединения кремния. Для шахтных вод характерен широкий интервал концентраций растворенных форм кремния — от десятых долей мг до десятков мг Si/л. В зависимости от задач исследования в шахтных водах определяют либо растворенную кремниевую кислоту, либо находят суммарное содержание растворенных форм кремния. Для нейтральных шахтных вод любого состава и минерализации рекомендуется метод фотометрического определения растворенных силикатов в виде синего кремнемолибденового комплекса с переводом в него других растворимых форм кремния.

Пробы отбирают в полиэтиленовую посуду, хранят при 3–4°C.



фотометрическое определение кремнекислоты в виде синего восстановленного кремнемолибденового комплекса

#### П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на образовании комплекса при взаимодействии кремнекислоты с молибдатом аммония в кислой среде с последующим восстановлением гетерополиоксидной смеси метолом и сульфидом натрия.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 0,1 мг Si /л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,1-0,2 мг Si /л составляет 7% (n = 10), 0,4-10,0 мг Si /л - не превышает 2% (n = 10). Продолжительность определения силикатов в единичной пробе 30 мин., суммарного содержания растворенных форм кремния - 8 ч.

#### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению мешают железо (II), сульфиды, фосфаты и фториды. Мешающее влияние железа (II) устраняют добавлением нескольких кристалликов персульфата аммония, фосфатов - в ходе анализа добавлением винной кислоты. Сульфиды устраняют продуванием пробы воды воздухом. Для удаления фторидов используют борную кислоту, добавляя 20-кратный ее избыток. Железо (III) в концентрациях до 20 мг/л определению не мешает.

#### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 30 мм.
3. Муфельная печь с температурой нагрева до 900°C.
4. Молибдат аммония. Растворяют 5 г молибдата аммония,  $(\text{NH}_4)_6\text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор устойчив в течение 10 дней.
5. Соляная кислота, 0,5 N раствор, 42 мл концентрированной соляной кислоты, х.ч., разбавляют дистиллированной водой до 1 л.
6. Винная кислота. Растворяют 10 г винной

кислоты, ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл.

7. Восстановительная метол-сульфитная смесь. Растворяют 13 г безводного сульфита натрия,  $\text{Na}_2\text{SO}_3$ , х.ч., и 20 г метола,  $(\text{HOC}_6\text{H}_4\text{NHCH}_3)\cdot\text{H}_2\text{SO}_4$ , марки А в 200 мл дистиллированной воды. Фильтруют через бумажный фильтр и доводят объем раствора в мерной колбе до 1 л дистиллированной водой. Раствор устойчив в течение 5 суток.

8. Натрий углекислый,  $\text{Na}_2\text{CO}_3$ , безводный, х.ч.

9. Натрий тетраборнокислый,  $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ , х.ч.

10. Стандартные растворы кремния

А. Основной раствор. 0,107 г кварца,  $\text{SiO}_2$ , х.ч. или о.с.ч., сплавляют в платиновом тигле с 3 г смеси безводной соды и буры, взятых в соотношении 2:1, при  $900^\circ\text{C}$  в течение 20 мин. до получения прозрачного сплава. Сплав переносят в полиэтиленовый стакан, промывая тигель горячей дистиллированной водой, заливают 100 мл горячей дистиллированной воды и оставляют для растворения на ночь, после чего добавляют 100 мл соляной кислоты (1:3) и перемешивают. Полученный раствор количественно переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,1 мг кремния. Раствор устойчив в течение 3 лет.

Б. Рабочий раствор. Готовят разбавлением основного раствора в 20 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,005 мг кремния. Раствор устойчив в течение месяца.

Все растворы хранят в полиэтиленовой посуде.

К а л и б р о в о ч н ы й    г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 7,0; 10,0 мл рабочего раствора, прибавляют 1 мл раствора соляной кислоты, 2,5 мл раствора молибдата аммония, перемешивают, через 10 мин добавляют 2,5 мл раствора винной кислоты и через

2 мин 10 мл восстановительной метол-сульфитной смеси. Растворы перемешивают и их объемы доводят дистиллированной водой до метки. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,0025; 0,005; 0,01; 0,025; 0,035; 0,050 мг кремния. Через 10 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФФКе с красным светофильтром ( $\lambda = 582$  нм) в кюветах с толщиной слоя 30 мм, используя в качестве раствора сравнения холостой опыт. Окраска растворов устойчива в течение 12 ч. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация кремния в мг. Проверку или построение нового калибровочного графика производят раз в квартал.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Для определения растворенной кремнекислоты 25 мл профильтрованной через беззольный фильтр "синяя лента" пробы или меньший ее объем, содержащий 0,0025-0,050 мг кремния вносят в мерную колбу вместимостью 50 мл, нейтрализуют до pH 7 раствором HCl (контроль по универсальной индикаторной бумаге), в случае анализа щелочных вод прибавляют еще 1 мл этого же раствора, и обрабатывают далее как при построении калибровочного графика. Концентрацию кремния в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

При определении суммарного содержания растворенных форм кремния производят предварительную обработку пробы - деполимеризацию сложных форм кремния и перевод их в кремнекислоту. С этой целью 100-200 мл профильтрованной через фильтр "синяя лента" исследуемой воды выпаривают сначала в платиновой чашке, а затем досуха в платиновом тигле. К сухому остатку в тигле добавляют 0,5 г смеси соды и буры, взятых в соотношении 2:1 и сплавляют смесь в муфельной печи, нагретой до 600°C, постепенно повышая температуру до 900°C. При этой температуре смесь выдерживают в течение 15-20 мин. для получения прозрачного сплава. Сплав после охлаждения переносят в полиэтиленовый стакан, промывая тигель горячей дистиллированной водой и соляной кислотой, заливают 100 мл горячей дистиллированной воды и оставляют на ночь для выщелачивания (растворения сплава). После выщелачивания сплава раствор нейтрализуют до pH 7 (контроль по универсальной индикаторной бумаге) соляной кислотой и количественно переносят в мерную колбу вместимостью

250 мл, доведя объем раствора до метки дистиллированной водой. Отбирают 25-10 мл раствора в мерную колбу на 50 мл и проводят определение кремнекислоты описанным выше способом.

Р а с ч е т

Содержание силикатов (X) в мг Si/l рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация кремния, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

Суммарное содержание растворенных форм кремния ( $X_1$ ) в мг Si/l рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{C \cdot V_1 \cdot 1000}{V_2 \cdot V_3},$$

где C - концентрация кремния, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

$V_1$  - объем раствора в мерной колбе после деполимеризации, мл;

$V_2$  - объем исследуемой воды, взятой для деполимеризации, мл;

$V_3$  - объем раствора после деполимеризации, взятого из мерной колбы для определения кремнекислоты, мл.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

0,3 - 10,0

0,1

## Б О Р А Т Ы

В шахтных водах, так же как и в природных, соединения бора могут находиться в зависимости от pH воды в виде боратов (солей борной и полиборных кислот), а также в виде свободных орто- и метаборной кислот. Содержание боратов в шахтных водах колеблется от тысячных долей мг до целых мг/л. Для определения борат-ионов рекомендуется фотометрический метод с карми-

ном. Этот метод может быть применен для анализа шахтных вод любой минерализации с  $\text{pH} > 6$ . Учитывая разнообразие соединений бора в воде, результаты определения выражают в виде элементарного бора. Метод дает общее содержание боратов, входящих как в неорганические, так и в органические соединения. Пробы отбирают в полиэтиленовые бутылки или в емкости из химически устойчивого стекла, не консервируют.

### Фотометрическое определение боратов с кармином

#### Принцип метода

Метод основан на способности борной кислоты (боратов) в среде концентрированной серной кислоты изменять окраску кармина от красной до фиолетово-синей вследствие образования внутрикомплексного соединения сложного эфира борной кислоты. Важным условием выполнения определения является идентичность концентрации серной кислоты как в исследуемом растворе, так и в стандартных.

#### Характеристика метода

Диапазон определяемой концентрации боратов составляет 0,2–3,0 мгВ/л. При содержании боратов менее 0,2 мгВ/л или более 3,0 мгВ/л пробу необходимо концентрировать упариванием или разбавлять.

Относительное стандартное отклонение при концентрации боратов 0,2–0,8 мгВ/л – 3,0% ( $n = 10$ ), при содержании 0,8–3,0 мгВ/л 4% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы – 1,5 ч.

#### Мешающие влияния

Определению боратов мешают ионы и соединения, если их содержание в исследуемом объеме воды превышает указанные количества:  $\text{NO}_3^-$  – 1,5 мг;  $\text{F}^-$  – 0,02 мг;  $\text{Cu}$  (II) – 0,1 мг;  $\text{Fe}$  (III) – 0,7 мг;  $\text{Ti}$  (IV) – 0,002 мг;  $\text{H}_2\text{S}$  – 0,3 мг. При содержании в исследуемом объеме повышенных количеств мешающих компонентов применяют солянокислый гидразин, как восстановитель этих ионов. Определению боратов также мешают окрашенные органические вещества, которые могут быть разрушены прокаливанием сухого остатка. Сухой остаток, полученный после подше-

лачивания и выпаривания исследуемого раствора, озолотят в муфеле при постепенном его нагревании до  $500^{\circ}\text{C}$  в течение четырех часов.

#### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 30 мм.
3. Все реактивы готовят и хранят в склянках и колбах из химически устойчивого стекла.
4. Гидразин солянокислый, 13%-ный раствор. 1,5 г солянокислого гидразина, ч.д.а., растворяют в 10 мл дистиллированной воды. Раствор готовят в день выполнения анализа.
5. Кармин, 0,025%-ный раствор в серной кислоте. 0,250 г истертого в тонкий порошок кармина помещают в маленький стаканчик, приливают небольшими порциями концентрированную серную кислоту (пл. 1,84), растирают стеклянной палочкой до полного растворения кармина, сливают в мерную колбу вместимостью 1 л, доводят той же кислотой до метки и тщательно перемешивают. Раствор хранят в склянке из химически устойчивого стекла в темном месте в течение нескольких месяцев.
6. Едкий натр, 10%-ный раствор. 10 г  $\text{NaOH}$ , х.ч., растворяют в 90 мл дистиллированной воды.
7. Стандартные растворы борной кислоты.

А. Основной раствор. 0,2857 г дважды перекристаллизованной борной кислоты  $\text{H}_3\text{BO}_3$ , х.ч. или ч.д.а., растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 мл. 1 мл раствора содержит 0,1 мг бора.

Б. Рабочий раствор. Готовят разбавлением в 10 раз основного раствора дистиллятом. 1 мл раствора содержит 0,01 мг бора. Раствор готовят в день проведения анализа.

#### Калибровочный график

В фарфоровые чашки ( $d = 6$  см) отмеряют: 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,6; 3,2 мл рабочего стандартного раствора борной кислоты, добавляют по 2 капли раствора едкого натра. Растворы упаривают на водяной бане досуха и приливают по 0,5 мл дистиллированной воды. Смоченные водой сухие остатки обрабатывают 10 мл концентрированной серной кислоты, перемешивают стеклян-

ной палочкой и переносят в колориметрические пробирки с притертыми пробками объемом 15 мл, обмывая чашки и палочки серной кислотой. К полученным растворам приливают по 2 мл раствора кармина, доводят до метки (15 мл) серной кислотой и перемешивают. Содержание бора в полученных растворах равно: 0; 2; 4; 6; 8; 16; 32 мкг. На следующий день растворы вновь перемешивают и измеряют оптическую плотность на ФЭКе в кюветах с толщиной слоя 30 мм с красным светофильтром ( $\lambda = 597$  нм). В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта. Калибровочный график строят в координатах: оптическая плотность – логарифм концентрации бора в мкг. На оси абсцисс откладывают логарифмы концентраций приготовленных стандартных растворов калибровочного графика: 0,3; 0,6; 0,8; 0,9; 1,0; 1,2; 1,5 соответствующие 2; 4; 6; 8; 10; 16; 32 мкг бора, на оси ординат – оптическую плотность. Концентрацию бора в исследуемом объеме воды определяют по графику.

#### П р и м е р

Оптическая плотность равна 0,5, что соответствует логарифму концентрации 1,09 и содержанию боратов в мкг бора 12,3. Построение нового калибровочного графика производят каждый раз с вновь приготовленным раствором кармина.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

10 мл профильтрованной исследуемой воды помещают в фарфоровую чашку и добавляют 1–2 капли раствора едкого натра до щелочной реакции по лакмусовой бумажке. Раствор упаривают на водяной бане досуха. К остывшему сухому остатку добавляют 0,5 мл раствора солянокислого гидразина, которым смачивают осадок. Затем приливают сначала быстро, а в конце медленно 10 мл концентрированной серной кислоты, не обращая внимания на бурное выделение хлористого водорода и окислов азота (работать под тягой!). Раствор тщательно перемешивают стеклянной палочкой до полного растворения осадка и прекращения выделения газов, количественно переносят в колориметрические пробирки. Далее к раствору приливают 2 мл раствора кармина, перемешивают, доводят до метки серной кислотой и снова перемешивают. На следующий день измеряют оптическую плотность исследуемого раствора относительно раствора холостого опыта. Концент-

рацию бора в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

Р а с ч е т

Содержание боратов (X) в мгВ/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C}{V} ,$$

где C - концентрация бора, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мкг;

V - объем исследуемой воды, мл.

Коэффициент пересчета бора на борат-ионы равен 3,96.

О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

0,20 - 0,80

0,01

0,8 - 3,0

0,1

## Й О Д И Д Ы

Формы нахождения йода в шахтных водах, так же как и в природных, разнообразны. Преимущественно йод содержится в виде простого аниона  $I^-$ , может частично входить в состав органических комплексов. Однако, в соленых водах йод может встречаться в виде свободного йода -  $I_2$ . Содержание йодидов в шахтных водах колеблется от тысячных долей мг до целых мг/л. Наиболее удобным и точным методом определения йодидов является йодометрический с применением бромной воды в качестве окислителя. Метод может быть применен для шахтных вод любой минерализации с pH > 6 и позволяет определять суммарно все неорганические и органические формы йода. Пробу отбирают в полиэтиленовые емкости, не консервируют.

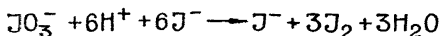
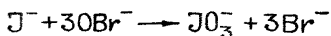
Й о д о м е т р и ч е с к о е о п р е д е л е н и е  
й о д и д о в с б р о м н о й в о д о й

П р и н ц и п м е т о д а

Йодометрическим методом определяют йодиды, окисляя их бромной водой до йодатов, которые затем восстанавливают



Йодидом калия до свободного йода и титруют раствором тиосульфата натрия с крахмалом.



Избыток бромной воды удаляют нагреванием и связыванием оставшихся следов брома салициловой кислотой.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация йодидов 1 мг/л. Минимальная концентрация может быть понижена при условии концентрирования пробы упариванием. Относительное стандартное отклонение при концентрации йодида 1-20 мг/л - 6-7% (n=10), при содержании 20-100 мг/л - 4% (n=10). Продолжительность единичного определения 15-20 мин.

#### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению йодидов мешает железо (III) при содержании более 1 мг/л. Его влияние устраняют путем осаждения.

#### Р е а к т и в ы

1. С е р н а я к и с л о т а, 1 N р а с т в о р. 28 мл концентрированной серной кислоты, х.ч., (пл. 1,84) приливают к дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 л. Раствор можно готовить из фиксаля.

2. С а л и ц и л о в а я к и с л о т а, ч.д.а., 1%-ный спиртовый раствор.

3. Б р о м н а я в о д а. В склянку с хорошо притертой пробкой наливают дистиллированную воду и добавляют бром (работать под тягой, в перчатках!). На 100 мл воды добавляют около 2 мл брома. Оставляют содержимое склянки в покое не менее, чем на сутки для насыщения бромом. На дне склянки всегда должен находиться избыток нерастворившегося брома.

4. Й о д и д к а л и я, х.ч. или ч.д.а.

5. Й о д и д к а л и я, 0,4%-ный р а с т в о р. 0,4 г очищенного реактива растворяют в дистиллированной воде и доводят объем до 100 мл. Реактив не должен содержать следов

свободного йода. При наличии следов желтой окраски реактив подвергают очистке от йода. 4–5 г йодида калия, х.ч., помещают в фарфоровую чашку и промывают 3–4 раза небольшими порциями этилового спирта-ректификата путем декантации. Остаток спирта удаляют нагреванием на водяной бане и сушат соль при 105°C. Хранят в банке из темного стекла с притертой пробкой.

6. Йодид калия, 0,002 N раствор. 0,332 г очищенного реактива растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем до метки. Раствор используют свежеприготовленным.

7. Метилловый оранжевый, 0,01%-ный водный раствор.

8. Крахмал. Приготовление см. с. 54.

9. Тиосульфат натрия, х.ч., 0,01 N раствор. Раствор применяют свежеприготовленным (приготовление см. на с. 55). 1 мл точно 0,01 N раствора тиосульфата натрия соответствует 0,21 мг  $\text{I}_2$  (126,90·0,01:6). Титр определяют по 0,002 N раствору йодида калия. Для этого отбирают 5 мл 0,002 N раствора йодида калия, объем доводят до 100 мл дистиллированной водой и продолжают, как в ходе определения. Расчет титра производят по формуле

$$T_{\text{I}_2} = \frac{V \cdot N \cdot 126,90}{V_1}$$

где  $V$  – объем раствора йодида калия, мл;

$N$  – нормальность раствора йодида калия;

$V_1$  – объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

126,90 – атомная масса йода.

Х о д о п р е д е л е н и я

100 мл профильтрованной исследуемой воды помещают в стакан, приливают 2 капли метилового оранжевого, по каплям

серную кислоту до розовой окраски раствора и еще 2 мл. Затем прибавляют 20–25 капель бромной воды и раствор в стакане нагревают на водяной или песчаной бане до удаления брома (отсутствие цвета и запаха брома). Если проба содержит значительное количество органических веществ и бромная вода

расходуется на их окисление, добавляют еще бромной воды порциями по 20-25 капель, пока раствор не окрасится от избытка бромной воды. Оставшиеся в растворе следы брома связывают 10 каплями спиртового раствора салициловой кислоты. После охлаждения до комнатной температуры к раствору прибавляют 50 мл дистиллированной воды, 1 мл раствора крахмала и 1 мл 0,4%-ного раствора йодида калия. Через 10 мин выделившийся йод титруют 0,01N раствором тиосульфата натрия до первого обесцвечивания. Наряду с определением йодид-ионов в исследуемой воде проводят его определение в холостой пробе. В случае анализа пресных шахтных вод, содержащих небольшие количества йодидов, на анализ берут 200-500 мл воды и выпаривают до 100 мл, предварительно подщелочив сухой содой (~25-50 мг соды на каждые 100 мл воды) во избежание выделения из раствора хлористых солей совместно с йодидами. Титрование проводят из микробюретки. Определение йодидов в рассолах проводят из разбавленных растворов.

Содержание йодидов (X) мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(V_1 - V_2) \cdot T_3 \cdot 1000}{V}$$

где  $V_1$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование исследуемой пробы, мл;

$V_2$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование холостой пробы, мл;

$T_3$  - количество йодид-ионов, соответствующее 1 мл 0,01N раствора тиосульфата натрия, мг;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

Пересчет мг/л на мг-экв/л производят делением полученного результата на 126,90.

О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
1,0 - 3,0	0,01
3,0 - 50,0	0,1

## БРОМИДЫ

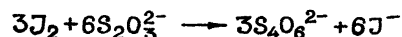
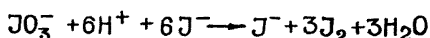
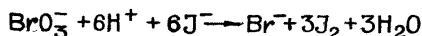
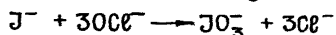
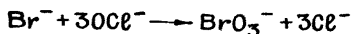
Содержание бромид-ионов ( $\text{Br}^-$ ) в шахтных водах колеблется от тысячных долей мг до десятков мг/л. Йодометрическое определение суммы йодидов и бромидов с применением гипохлорита в качестве окислителя - является наиболее удобным и точным методом. Преимуществом метода является то, что чувствительность реакции в ходе выполнения анализа повышается в 6 раз. Метод может быть применен для шахтных вод любой минерализации с  $\text{pH} > 6$ .

Пробы отбирают в полиэтиленовые емкости, не консервируют.

Йодометрический метод определения бромидов с гипохлоритом калия

### Принцип метода

Определение основано на окислении бромид- и йодид-ионов до броматов и йодатов гипохлоритом калия, последующем восстановлении йодидом калия до свободного йода и титровании тиосульфатом натрия в присутствии крахмала:



Бромид-ионы определяют по разности между полученной суммой  $\text{Br}^-$  и  $\text{I}^-$  и количеством йодид-иона определенного по методу с бромной водой. Избыток гипохлорита калия разрушают форматом натрия.

## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

### Минимальная определяемая концентрация бромид-ионов

0,6 мг/л, при концентрировании пробы упариванием минимальная концентрация может быть понижена. Относительное стандартное отклонение при концентрации бромидов 1-20 мг/л - 7% ( $n=10$ ), при содержании 20-100 мг/л - 3-4% ( $n=10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 15-20 мин.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению бромидов и йодидов мешают значительные количества магния. В объеме воды 25 мл (в соответствии с кодом анализа) иона магния не должно быть более 1,0-1,2 мг-экв (12-14 мг), а в объеме 100 мл соответственно не более 4,0-5,0 мг-экв (50-60 мг). Если содержание магния в исследуемом объеме воды превышает допустимую величину, пробу разбавляют. Мешает железо (III) при содержании более 1 мг/л. Его выделают из раствора осаждением в виде гидроксида. При большом содержании органических веществ гипохлорит может в большом количестве расходоваться на их окисление, что может привести к неполному окислению бромидов и йодидов. В этом случае проводят несколько повторных определений, увеличивая количество гипохлорита и уменьшая объем пробы (25 мл пробы - 10 мл гипохлорита, 10-20 мл пробы - 5 мл гипохлорита). Получив воспроизводимые результаты в повторных определениях на равных объемах с различным количеством гипохлорита убеждаются в правильности результатов.

### Р е а к т и в ы

1. С е р н а я к и с л о т а, 0,2 N раствор. 5,6 мл концентрированной серной кислоты, х.ч., (пл. 1,84) приливают к дистиллированной воде и доводят объем раствора до 1 л. Раствор можно приготовить из фиксаля.

2. С е р н а я к и с л о т а (1:4).

3. М о л и б д а т а м м о н и я, 1%-ный раствор. 1 г молибдата аммония  $(NH_4)_6 Mo_7O_{24} \cdot 4H_2O$ , ч.д.а. или х.ч., растворяют в 99 мл дистиллированной воды.

4. Б р о м и д к а л и я, 0,01 N раствор. 1,190 г КВч, х.ч., растворяют в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора до метки.

5. Фосфат калия однозамещенный,  $\text{KH}_2\text{PO}_4$ , х.ч. или ч.д.а.

6. Формиат натрия (муравьино-кислый натрий), 20%-ный раствор. 20 г формиата натрия, ч.д.а., растворяют в 80 мл дистиллированной воды.

7. Тиосульфат натрия, 0,05 N раствор. Раствор можно готовить из фиксанала. Устанавливают нормальность раствора по 0,01 N раствору бромиды калия. Отбирают 10 мл 0,01 N раствора бромиды калия, доводят объем до 25 мл дистиллированной водой и продолжают как в ходе определения. Расчет нормальности производят по формуле

$$N = \frac{V_1 \cdot N_1}{V}$$

где  $V_1$  - объем раствора бромиды калия, взятого для определения, мл;

$N_1$  - нормальность раствора бромиды калия;

$V$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл.

Нормальность раствора проверяют периодически не реже одного раза в неделю. Раствор хранят в темной склянке закрытой пробкой с хлоркальциевой трубкой, заполненной натронной известью.

8. Тиосульфат натрия, 0,01 N раствор. Для приготовления 0,01 N раствора берут 0,05 N раствор тиосульфата натрия и разводят в мерной колбе в 5 раз дистиллированной водой. Раствор применяют свежеприготовленным. 1 мл точно 0,01 N раствора тиосульфата натрия соответствует 0,00166 мг-экв  $\text{Br}^-$ . Нормальность определяют расчетным путем по нормальности 0,05 N раствора тиосульфата. Для проведения арбитражных определений нормальность 0,01 N раствора тиосульфата устанавливают по 0,002 N свежеприготовленному раствору бромиды калия.

9. Крахмал, 0,5%-ный раствор. Приготовление (см. с. 54).

10. Гипохлорит калия, щелочной раствор. 300 г хлорной извести помещают в колбу на 5 л, приливают 1 л дистиллирован-

ной воды и при помешивании 0,5 л 6 N раствора карбоната калия. Затем приливает 250 мл 2 N раствора едкого калия и дистиллированной воды до ~ 2 л. Смесь перемешивает и оставляет на неделю в темном месте при комнатной температуре, плотно закрыв пробкой. Затем устанавливает нормальность раствора гипохлорита и его избыточную щелочность.

#### О п р е д е л е н и е н о р м а л ь н о с т и р а с т в о р а г и п о х л о р и т а

В коническую колбу на 250 мл отмеривают 50 мл 0,1 N раствора серной кислоты (готовят из фиксаля) прибавляют 1 г йодида калия и после его растворения вносят отмеренный пипеткой 1 мл гипохлорита. Плотнo закрыв колбу, перемешивает и титруют выделившийся йод 0,05 N раствором тиосульфата. Нормальность раствора гипохлорита вычисляют по формуле

$$X = V \cdot N,$$

где  $V$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование йода, выделившегося при прибавлении 1 мл раствора гипохлорита, мл;

$N$  - нормальность раствора тиосульфата натрия.

После приготовления нового раствора гипохлорита определяют его нормальность.

#### О п р е д е л е н и е и з б ы т о ч н о й щ е л о ч - н о с т и р а с т в о р а г и п о х л о р и т а

После установления нормальности гипохлорита в той же пробе определяют избыток серной кислоты титрованием 0,1 N раствором едкого натра (нормальность раствора должна проверяться) в присутствии метилового оранжевого до перехода окраски раствора из красной в желтую. Расчет избыточной щелочности (Щ изб.) в растворе гипохлорита производят по формуле

$$\text{Щ}_{\text{изб.}} = V_1 \cdot N_1 - V \cdot N - V_2 \cdot N_2,$$

- где  $V_1$  - объем раствора серной кислоты, взятого для определения нормальности гипохлорита, мл;  
 $N_1$  - нормальность раствора серной кислоты;  
 $V$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного при определении нормальности гипохлорита, мл;  
 $N$  - нормальность раствора тиосульфата натрия;  
 $V_2$  - объем раствора едкого натра, израсходованного на титрование избытка серной кислоты, мл;  
 $N_2$  - нормальность раствора едкого натра.

Приготовленный раствор гипохлорита калия должен быть 1,2-1,3 Н с избыточной щелочностью равной 0,2-0,3 Н. Если раствор гипохлорита калия получается с небольшой избыточной щелочностью ( $< 0,2$  Н), то для устойчивости раствора к 500 мл отсифонированного раствора гипохлорита добавляют 10-15 мл 10 Н раствора едкого кали (280,5 г КОН в 0,5 л раствора), перемешивают и дают отстояться. Сифонируют раствор осторожно и вновь определяют избыточную щелочность. Если раствор гипохлорита получается с большой избыточной щелочностью, то к неотсифонированному раствору добавляют хлорную известь исходя из следующего расчета. Например, если раствор гипохлорита калия 1,1 Н с избыточной щелочностью 0,6 Н, то для получения избыточной щелочности 0,3 Н добавляют 82 г хлорной извести

$$(300 \cdot \frac{0,6 - 0,3}{1,1}) = 82$$

Раствор перемешивают и дают отстояться. Прозрачный раствор сифонируют и устанавливают нормальность раствора гипохлорита калия и избыточную щелочность. Готовый раствор хранят в холодильнике в темной склянке с плотно закрытой пробкой.

#### О п р е д е л е н и я

Отбирают пипеткой 25-100 мл профильтрованной исследуемой воды (при содержании суммы йодидов и бромидов более 30 мг/л отбирают 25 мл пробы, при концентрации менее 30 мг/л отбирают 50-100 мл пробы, а при содержании свыше 100 мг/л титруют 0,05 Н раствором тиосульфата) в коническую колбу вместимостью 100-200 мл, прибавляют 2 капли раствора метилового оранжевого и подкисляют 0,2 Н раствором серной кислоты до оранжевой



окраски. Затем добавляют 1 г однозамещенного фосфата калия и 5-10 мл раствора гипохлорита калия. При объеме исследуемой пробы, равном 25 мл, следует добавлять 5 мл раствора гипохлорита, а при объеме 50-100 мл - 10 мл раствора гипохлорита. Окисление йодидов и бромидов гипохлоритом калия сопровождается выпадением белого осадка кальциевых и магниевых солей, который в дальнейшем растворяется. Раствор помещают в кипящую водяную баню и нагревают в течение 5-6 мин. Прибавляют 5-10 мл раствора формиата натрия в зависимости от количества введенного раствора гипохлорита (5 и 10 мл) и кипятят на песчаной бане 2,5-3 мин. Раствор охлаждают до комнатной температуры, прибавляют 1 г йодида калия, 10 мл раствора серной кислоты (1:4), 1 мл раствора молибдата аммония и сразу титруют выделившийся йод 0,01 N или 0,05 N раствором тиосульфата натрия до первого обесцвечивания раствора. Проводят определение бромидов в холостой пробе в тех же условиях. Определение йодидов и бромидов в рассолах проводят из разбавленных растворов. При концентрациях бромидов и йодидов близких к минимальным определяемым концентрациям, титрование растворов тиосульфатом натрия проводят из микробюретки.

#### Р а с ч е т

Сумму бромидов и йодидов ( $X_1$ ) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$X_1 = \frac{(V_1 - V_2) N \cdot 1000}{V},$$

где  $V_1$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование исследуемой воды, мл;

$V_2$  - объем раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование холостой пробы, мл;

$N$  - нормальность раствора тиосульфата натрия;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

Количество бромидов ( $X_2$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X_2 = (X_1 - X) \cdot 79,9$$

где  $X_1$  - сумма бромидов и йодидов, мг-экв/л;  
 $X$  - содержание йодидов, найденное методом окисления с  
 бромной водой, мг-экв/л;  
 79,9 - атомная масса брома.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг/л
0,50 - 3,00	0,01
3,0 - 50,0	0,1
50 - 100	1

## Ф Т О Р И Д Ы

Содержание фторидов в шахтных водах находится в пределах от десятых долей до целых мг/л. Для определения фторидов рекомендуется фотометрический метод с цирконий-эриохромцианином R, приемлемый для анализа нейтральных шахтных вод любого состава и минерализации.

Пробы отбирают в полиэтиленовую посуду, не консервируют.

### Ф о т о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е ф т о р и д о в   с   ц и р к о н и й - э р и о х р о м - ц и а н и н о м   R

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на ослаблении фторид-ионами окраски комплексов, образующихся при взаимодействии ионов циркония с эриохромцианином R в растворе соляной кислоты.

#### Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация фторид-ионов 0,2 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,2-2,5 мг/л не превышает 2% ( $n = 10$ ). Время определения единичной пробы  $\sim 1$  ч.

#### М е ш а ю щ и е   в л и я н и я

Определению фторидов мешают сульфаты. Их влияние в интервале концентраций 10-500 мг/л устраняют введением соответствующей поправки по номограмме (рис.4), при содержании сульфатов более 500 мг/л производят разбавление пробы или осаждение

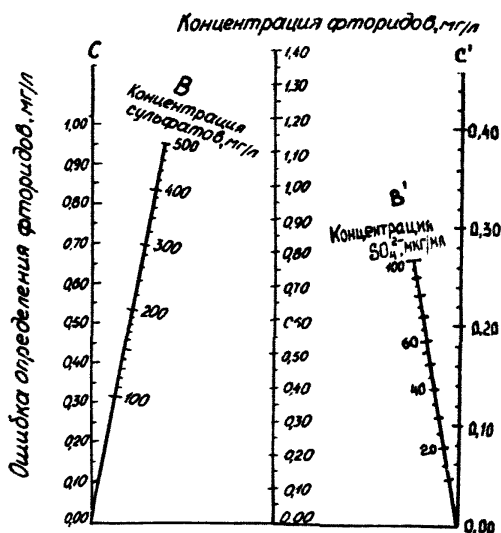


Рис.4. Номограмма для поправки на содержание сульфатов

сульфатов в определяемом объеме пробы 5%-ным раствором нитрата бария, как указано в методике "Ртутиметрическое определение хлоридов". Мешающее влияние алюминия (1-5 мг/л) устраняют, измеряя оптическую плотность раствора через 2 ч. после добавления реактивов. Влияние хлоридов при содержании более 3500 мг/л, кальция более 200 мг/л, магния более 100 г/л, фосфатов более 2,5 мг/л, железа (III) более 10 мг/л, алюминия более 5 мг/л устраняют дистилляцией или разбавлением исследуемой пробы воды. Остаточный хлор устраняют в ходе анализа добавлением двух капель 0,1 N раствора арсенита натрия на каждый мг хлора.

Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр
2. Кюветы с толщиной слоя 20 мм.

3. Р е а к т и в А. Растворяют 1,800 г эрioxромцианина R , в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

4. Р е а к т и в Б. Растворяют 0,265 г оксихлорида циркония,  $ZrOCl_2 \cdot 8H_2O$  , ч.д.а., или 0,220 г нитрата циркония,  $ZrO(NO_3)_2 \cdot 2H_2O$  , ч.д.а. в 50 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 л, прибавляют 700 мл концентрированной соляной кислоты (пл. I,19) и доводят объем раствора дистиллированной водой до метки.

5. С о л я н а я к и с л о т а. Разбавляют 70 мл концентрированной соляной кислоты (пл. I,19), х.ч., дистиллированной водой в мерной колбе вместимостью 100 мл.

6. С т а н д а р т н ы е р а с т в о р ы ф т о р и д а н а т р и я.

А. О с н о в н о й р а с т в о р. Растворяют 0,2210 г фторида натрия,  $NaF$  , ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг фторид-иона. Раствор хранят в полиэтиленовой посуде.

Б. Р а б о ч и й р а с т в о р. Готовят разведением основного раствора в 50 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,002 мг фторид-ионов. Рабочий раствор готовят непосредственно перед употреблением.

К а л и б р о в о ч н ы й г р а ф и к

В мерные колбы вместимостью 50 мл вносят 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0 мл рабочего раствора, добавляют 5 мл реактива А, 5 мл реактива Б и после тщательного перемешивания доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0,004; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,060 мг фторид-ионов. Через 5 мин измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФЭКе с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм) в кюветках с толщиной слоя 20 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта. Раствор холостого опыта готовят следующим образом: в мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 5 мл реактива А, 5 мл раствора соляной кислоты и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация фторид-ионов в мг. Проверку или построение нового калибровочного

графика производят каждый раз с вновь приготовленными растворами реактивов А и Б.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

В мерную колбу вместимостью 50 мл вносят 25 мл профильтрованной через беззольный фильтр "синяя лента" исследуемой пробы воды или меньший ее объем, содержащий 0,004—0,060 мг фторидов, и продолжают определение, как при построении калибровочного графика. Концентрацию фторид-ионов в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание фторидов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где С — концентрация фторид-ионов, найденная по калибровочному графику, во взятом для анализа объеме воды, мг;

V — объем исследуемой воды, мл.

При определении фторидов в присутствии сульфатов без их осаждения вносят поправку на содержание сульфатов, найденную по номограмме: на шкале А отмечают концентрацию фторидов в мг/л, а на шкале В — сульфатов в мг/л и проводят прямую через эти две точки до пересечения со шкалой С, по которой находят поправку на сульфаты. Найденную поправку вычитают из экспериментально установленного содержания фторидов.

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

0,2 — 5,0

0,1

## С У Л ь Ф А Т ы

Сульфат-ионы присутствуют практически во всех шахтных водах, воде водоемов и содержатся от нескольких десятков мг/л до 3—5 г/л. Для определения сульфат-ионов предложено три метода. Наиболее широко применяют арбитражный весовой метод.

Метод является точным, но довольно длительным и трудоемким.

Поэтому при массовых анализах весовой метод рекомендуется заменить менее продолжительными и трудоемкими титриметрическими

методами, основанными на прямом титровании сульфат-ионов солями бария или свинца с использованием металлоиндикаторов. Эти методы имеют хорошую чувствительность и точность, но необходимо предварительно проводить катионирование пробы, так как все металлоиндикаторы недостаточно селективны к ионам бария и свинца.

Для определения сульфат-ионов рекомендуются:

- весовой метод, для анализа вод с содержанием  $\text{SO}_4^{2-}$  от 20 мг/л;

- титриметрические методы:

а) титрование солью бария в присутствии нитромазо;

б) титрование солью свинца в присутствии дитизона.

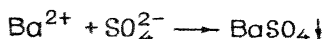
Два последних метода предназначены для анализа вод с содержанием сульфат-ионов выше 10 мг/л. Рекомендуемые методы применимы для анализа всех типов шахтных вод, из титриметрических методов предпочтительней метод с применением нитромазо.

Пробы отбирают в стеклянную или полиметаленовую посуду, не консервируют.

## Весовое определение сульфатов

### Принцип метода

Метод основан на весовом определении сульфат-ионов в виде осадка  $\text{BaSO}_4$ , образующегося при взаимодействии сульфатных ионов с солями бария в кислой среде.



### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 20 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$ .

Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 100 до 500 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$  составляет 1,5% ( $n = 10$ ), при концентрациях от 500 до 5000 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$  - 0,8% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 3 ч.

### Мешающие влияния

Определению мешают взвешенные вещества, железо, а также гумусовые вещества и кремнекислота. Влияние взвешенных веществ устраняют фильтрованием пробы через плотный фильтр

"синяя лента". Железо (Ш и П) при содержании более 10 мг/л устраняют, связывая его комплексомом Ш, прибавляя последний в количестве эквивалентном содержанию в пробе общего железа (на 1 мг Fe ~ 0,4 мл 0,1 N раствора комплексона Ш).

Для устранения влияния кремневой кислоты и гумусовых веществ перед осаждением сульфат-ионов, подкисленную соляной кислотой по метиловому оранжевому пробу упаривают до уменьшения объема ~ в 2 раза, отфильтровывают выпавшие хлопья гумматов или кремневой кислоты через маленький фильтр "белая лента", промывают горячей дистиллированной водой, подкисленной соляной кислотой и проводят осаждение сульфат-ионов в фильтрате как в ходе определения.

#### Р е а к т и в ы

1. Х л о р и д б а р и я, 5%-ный раствор.  
Растворяют 5 г хлорида бария, х.ч., в 95 мл дистиллированной воды.

2. С о л я н а я к и с л о т а, х.ч., разбавленная (1:1).

3. Н и т р а т с е р е б р а, ~ 2%-ный раствор.  
Растворяют 2 г  $\text{AgNO}_3$ , ч.д.а., в 100 мл дистиллированной воды и добавляют 1 мл концентрированной азотной кислоты (пл. 1,40). Используется для проверки полноты отмывания осадка от хлорид-ионов.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Исследуемую воду фильтруют через плотный фильтр "синяя лента". В зависимости от содержания сульфат-ионов отбирают в стакан вместимостью 300 мл 25-250 мл исследуемой воды, при необходимости разбавляют или упаривают до 100 мл, для упаривания пробу подкисляют соляной кислотой по метиловому оранжевому. Прибавляют 2 мл соляной кислоты, нагревают до кипения и при постоянном перемешивании приливают 5 мл горячего раствора хлорида бария. Для уменьшения соосаждения щелочных металлов осадитель прибавляют быстро в виде непрерывной струи. Дают пробе отстояться и проверяют полностью осаждения сульфат-ионов: в отстоянном растворе не должна образовываться муть после прибавления 2-4 капель раствора хлорида бария. При появлении мути следует ввести дополнительно 5 мл раствора хлорида бария для обеспечения полноты осаждения сульфат-ионов. При содержа-

нии  $\text{SO}_4^{2-}$  более 4000 мг/л прибавленного количества хлорида бария может быть недостаточно и следует еще раз проверить полноту осаждения. Раствор с осадком нагревают на водяной или песчаной бане 2 ч., следя за тем, чтобы не изменялся общий объем раствора, и оставляют при комнатной температуре на 8-12 ч. Затем осадок количественно отфильтровывают через плотный фильтр "синяя лента". Причем сначала сливают прозрачный раствор, осадок в стакане несколько раз промывают горячей дистиллированной водой декантацией и после этого переносят на фильтр. Приставшие к стенкам стакана кристаллы сульфата бария удаляют обтиранием влажным кусочком фильтра, стакан ополаскивают дистиллированной водой. Осадок на фильтре промывают до тех пор, пока при испытании промывных вод на хлорид-ионы (проба с раствором нитрата серебра) не образуется лишь крайне слабая опалесценция. Влажный фильтр помещают в прокаленный при  $800^\circ\text{C}$  в течение 1 ч., охлажденный в эксикаторе (1 ч.) и взвешенный на аналитических весах тигель, осторожно нагревают и озоляют при хорошем доступе воздуха без воспламенения. Затем прокаливают в течение 45 мин. при  $800^\circ\text{C}$ , охлаждают и взвешивают, как указано выше.

#### Р а с ч е т

Содержание сульфат-ионов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{m \cdot 0,4116 \cdot 1000}{V},$$

где m - масса осадка, мг;

V - объем исследуемой воды, мл;

0,4116 - коэффициент пересчета мг  $\text{BaSO}_4$  на  $\text{SO}_4^{2-}$

Т и т р и м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е  
с у л ь ф а т о в   с о л ь ю   б а р и я   в  
п р и с у т с т в и и   н и т х р о м а з о

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на способности сульфат-ионов, образовывать слабо растворимый осадок  $\text{BaSO}_4$  при взаимодействии их с солями бария. Нитхромазо взаимодействует с барием в кислой среде (рН = 1,7-2,0), давая контрастную реакцию и четкий переход



окраски из фиолетовой в голубую. Для повышения чувствительности реакции титрование проводят в водноуксусной или водно-спиртовой среде.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 1 мг  $\text{SO}_4^{2-}$  в исследуемом объеме пробы. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 100 до 500 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$  равно 2%, при концентрациях от 500 до 2000 мг/л - 1% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

#### М е ш а ю щ и е в л я ю щ и е

Определению мешают взвешенные, коллоидные вещества, влияние которых устраняют предварительным фильтрованием пробы. Титрованию мешает стронций, ухудшает переход окраски соли натрия и аммония. Влияние катионов устраняют катионированием (колонка с КУ-2 в  $\text{H}^+$  форме). Определению не мешают большие количества фосфатов, арсенатов, умеренные концентрации фторидов, хроматов; не мешают хлориды, нитраты, бораты.

#### Р е а к т и в ы

1. Х л о р и д б а р и я, 0,1 N р а с т в о р. Растворяют 10,4120 г  $\text{BaCl}_2$ , х.ч., предварительно высушенного при 120°C до постоянной массы, в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем до метки.

Раствор 0,02 N готовят разбавлением основного раствора в 5 раз. Нормальность раствора определяют по стандартному раствору серной кислоты, соответствующей нормальности. Отбирают 10 мл раствора  $\text{H}_2\text{SO}_4$ , доводят pH до 2 аммиаком (контроль индикаторной бумагой), добавляют 10 мл ацетона, 2-3 капли нитромазо и титруют раствором  $\text{BaCl}_2$  до перехода фиолетовой окраски в голубую.

0,1 N раствор хлорида бария можно приготовить из фиксанала.

2. С е р н а я к и с л о т а 0,1 N р а с т в о р.

Готовят из фиксанала.

3. Н и т х р о м а з о, 0,2%-ный р а с т в о р. Растворяют 0,2 г индикатора в 100 мл дистиллированной воды. Раствор устойчив длительное время.

4. А м м и а к, х.ч., р а з б а в л е н н ы й (1:2).

5. С о л я н а я к и с л о т а, х.ч., р а з б а в л е н н а я (1:3).

6. Ацетон, х.ч., или спирт этиловый, 96%-ный.

7. Едкий натр, 2 Н раствор. Растворяют 80 г NaOH, х.ч., в 1 л дистиллированной воды.

8. Катионит КУ-2.

#### Подготовка катионита к работе и его регенерация

Свежую, неиспользованную ранее, смолу КУ-2 заливают на ночь дистиллированной водой. На следующий день воду сливают и на сутки заливают раствором соляной кислоты (1:3). Окрасившийся раствор кислоты сливают, промывают смолу 2-3 раза дистиллированной водой декантацией и снова заливают раствором соляной кислоты. Такую процедуру повторяют до тех пор, пока раствор над смолой перестанет окрашиваться в желтый цвет. Затем смолу промывают водой, обрабатывают 2 Н раствором едкого натра, дистиллированной водой и снова соляной кислотой (1:3). Все это повторяют 2-3 раза. После последней обработки катионита кислотой его отмывают дистиллированной водой до pH - 7 (контроль индикаторной бумагой). Хранят смолу, переведенную в  $H^+$  форму под слоем дистиллированной воды. Катионит в колонке регенерируют после того, как нейтральная шахтная вода, проходя через колонку, перестанет закисляться, а кислая шахтная вода-обесцвечиваться. Регенерацию проводят раствором соляной кислоты (1:3) (необходимое количество соляной кислоты примерно в 5 раз превышает объем смолы). Кислота должна протекать через слой катионита с той же скоростью, с которой протекает проба при проведении определений. Катионит затем промывают дистиллированной водой до нейтральной реакции.

#### Подготовка колонки

Ионообменная колонка изготавливается из прямой стеклянной трубки диаметром 2,5 см с оттянутым нижним концом (можно использовать бюретку на 50 или 100 мл). На нижний конец надевают резиновую трубку с винтовым зажимом и помещают немного стеклянной ваты. Насыпают катионит в  $H^+$  форме, высота слоя

30-40 см. Катионит в колонке хранят под слоем дистиллированной воды. После каждой пробы колонку промывают дистиллированной водой до pH 6-7.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Профильтрованную пробу воды (~ 60-80 мл) пропускают через колонку с катионитом КУ-2 в H<sup>+</sup>-форме со скоростью 2-3 мл/мин, первые 30-40 мл фильтрата отбрасывают. Отбирают 10 мл пробы в коническую колбу вместимостью 50 мл, доводят pH раствора до 2 (по индикаторной бумаге) аммиаком или соляной кислотой, добавляют 10 мл ацетона или спирта, 2-3 капли раствора нитромазо и титруют медленно по каплям 0,1 N раствором BaCl<sub>2</sub> при энергичном перемешивании до перехода окраски из фиолетовой в сине-голубую, не исчезающую при стоянии в течение 3 мин. В конце титрования хлорид бария следует прибавлять по одной капле, интенсивно перемешивая смесь до тех пор, пока перестанет возвращаться фиолетовая окраска. Если на титрование идет меньше 1 мл хлорида бария, применяют 0,02 N раствор.

При содержании SO<sub>4</sub><sup>2-</sup> менее 100 мг/л через колонку пропускают 250 мл пробы, так же отбрасывая первую порцию фильтрата, отбирают по 100 мл фильтрата мерными колбами и упаривают его в конических колбах вместимостью 50-100 мл до объема 10 мл, приливая фильтрат небольшими порциями и продолжают как указано выше, титруя пробу 0,02 N раствором. При появлении сине-голубой окраски после прибавления первых двух капель раствора BaCl<sub>2</sub> пробу интенсивно перемешивают. Если в течение 3 мин. фиолетовая окраска не возвратится, титрование прекращают.

#### Р а с ч е т

Содержание сульфат-ионов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot N \cdot 48,03 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора хлорида бария, израсходованного на титрование, мл;

N - нормальность титрованного раствора хлорида бария;

V - объем пробы (после катионирования), взятый для титрования, мл;

48,03 - эквивалент SO<sub>4</sub><sup>2-</sup>

# Титриметрическое определение сульфатов солью свинца в присутствии дитизона

## Принцип метода

Метод прямого титрования сульфат-ионов с дитизоном основан на связывании сульфат-ионов раствором соли свинца в кислой среде ( $\text{pH} = 3$ ). В точке эквивалентности окраска переходит из сине-зеленой (реагент) в красно-фиолетовую (комплексное соединение с ионами свинца). Для уменьшения растворимости осадка  $\text{PbSO}_4$  титрование проводят в водноуксусной среде.

## Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 1 мг  $\text{SO}_4^{2-}$  в исследуемом объеме проб. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 100 до 500 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$  составляет 3% ( $n = 18$ ), при концентрациях от 500 до 2000 мг/л  $\text{SO}_4^{2-}$  - 2% ( $n = 18$ ). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

## Мешающие влияния

Определению мешают ионы кальция, железо и другие металлы (реакция с индикатором); в меньшей степени влияют ионы натрия, магния, алюминия. Все катионы, которые оказывают мешающее влияние, устраняют пропусканием пробы через колонку с катионитом КУ-2 в  $\text{H}^+$  форме. Мешающее влияние оказывают фосфаты в концентрациях выше 5 мг/л. Определению мешают анионы, которые осаждаются свинцом ( $\text{CrO}_4^{2-}$ ,  $\text{AsO}_4^{3-}$ ,  $\text{F}^-$ ,  $\text{J}^-$ ). Содержание их в шахтных водах, как правило, очень незначительно. Взвешенные и коллоидные вещества устраняют фильтрованием пробы перед пропусканием ее через колонку.

## Реактивы

1. Ацетон, х. ч.

2. Дитизон, насыщенный раствор в ацетоне. Хранят в темной склянке в течение 3-5 дней. Перед растворением дитизон должен быть очищен от продуктов окисления. Для этого помещают его на фильтр и промывают ацетоном до зеленой окраски фильтра.

3. Нитрат свинца, 0,1 N раствор. Растворяют 16,6 г  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ , ч.д.а., в бидистилляте в мер-

ной колбе вместимостью 1 л и доводят объем до метки

0,02 N раствор готовят разбавлением основного раствора в 5 раз.

Нормальность растворов нитрата свинца определяют по 0,1 N или 0,02 N раствору серной кислоты, проводя титрование, как описано в ходе определения.

4. С е р н а я к и с л о т а, 0,1 N и 0,02 N  
р а с т в о р. Готовят из фиксанала.

5. А м м и а к, х. ч., разбавленный (1:2).

6. С о л я н а я к и с л о т а, х. ч., разбав-  
л е н н а я (1:3).

7. К а т и о н и т КУ-2. Подготовка катионита (см.с.105).

Х о д о п р е д е л е н и я

Катионирование производят так же, как описано на с. 106. Отбирают 10 мл пробы, доводят pH раствора до 3 (контроль по индикаторной бумаге) аммиаком или соляной кислотой, добавляют 10 мл ацетона и 3-5 капель дитизона, чтобы раствор был сине-зеленого цвета. Титруют медленно по каплям 0,1 N раствором

$Pb(NO_3)_2$  при постоянном перемешивании до исчезновения сине-зеленой окраски. При появлении синеватого оттенка нитрат свинца следует прибавлять по одной капле, интенсивно встряхивая смесь, до тех пор пока перестанет возвращаться синяя окраска. Если на титрование идет меньше 1 мл нитрата свинца, применяют 0,02 N раствор.

При содержании  $SO_4^{2-}$  менее 100 мг/л пробу готовят так же, как при определении с нитхромазо.

Р а с ч е т

Производят так же, как описано в методике "Титриметрическое определение сульфатов солью бария в присутствии нитхромазо".

О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в по всем  
рекомендуемым методам

Диапазон, мг/л	Округление, мг
20,0 - 100,0	0,1
100 - 2000	1
2000 - 5000	10

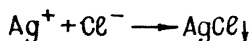
## Х Л О Р И Д Ы

Хлориды присутствуют практически во всех шахтных водах, воде водоемов и содержатся в количествах от нескольких мг до тысяч мг/л. Для определения хлоридов рекомендуются аргентометрический и меркуриметрический методы и метод потенциометрического титрования с ион-селективным электродом. Аргентометрический метод используется для пресных, солоноватых шахтных вод (рН 7-8). Меркуриметрический метод и потенциометрический могут быть применены для определения хлорид-ионов во всех типах шахтных вод любой минерализации. Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, не консервируют. Мутные пробы перед анализом фильтруют через плотный беззольный фильтр "свевия лента". Так как хлориды являются одним из наиболее устойчивых компонентов шахтных и поверхностных вод, их определение производят после выполнения анализа на другие неустойчивые во времени компоненты.

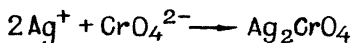
### А р г е н т о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е х л о р и д о в

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на малой растворимости хлорида серебра, количественно образующегося при титровании исследуемого раствора нитратом серебра



После полного осаждения хлоридов первая избыточная капля нитрата серебра вступает в реакцию с хроматом калия, образуя осадок хромата серебра, окрашенный в красный цвет



#### Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 20 мгСl<sup>-</sup>/л, более надежные результаты метод дает при содержании хлоридов выше 40 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентрации

20 мгСe<sup>-</sup>/л составляет 4% (n = 10), для концентраций 100-2000 мгСe<sup>-</sup>/л - не превышает 1% (n = 10). Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

#### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению мешают восстановители: сероводород, бромиды, йодиды. Влияние сероводорода устраняется подкислением пробы 0,1N раствором азотной кислоты по лакмусовой бумаге в продувкой воздуха в течение нескольких мин. При наличии йодидов и бромидов метод дает суммарное содержание хлорид-йодид-бромид-ионов. При кислой реакции воды (pH < 6,5) или щелочной (pH > 7) в пробу вносят соответствующее количество 0,1 N раствора щелочи или кислоты до нейтральной реакции среды.

#### Р е а к т и в ы

1. Х л о р и д н а т р и я, 0,05N р а с т в о р. Растворяют 2,9221 г хлорида натрия, NaCl, х.ч., предварительно доведенного при 105°C до постоянной массы, в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. Раствор можно приготовить из фиксаля.

2. Х р о м а т к а л и я. Растворяют 5 г хромата калия, K<sub>2</sub>CrO<sub>4</sub>, х.ч. в 95 мл дистиллированной воды.

3. Н и т р а т с е р е б р а, 0,05N р а с т в о р. Растворяют 8,5 г нитрата серебра, AgNO<sub>3</sub>, ч.д.а. или ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. Если раствор получается мутным, ему дают отстояться в течение нескольких дней и сифонируют. Раствор хранят в склянке из темного стекла. Для определения нормальности раствора нитрата серебра используют раствор хлорида натрия. В коническую колбу вместимостью 250 мл отбирают пипеткой 20 мл 0,05N раствора хлорида натрия, доливают до 100 мл дистиллированной водой, вносят 1 мл раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до исчезающей при перемешивании оранжевой окраски осадка. Титрование нельзя вести на прямом солнечном свете, так как осадок хлорида серебра разлагается.

Нормальность раствора нитрата серебра рассчитывают по формуле

$$N = \frac{20 \cdot 0,05}{V},$$

где  $V$  - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, мл.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Отбирают в коническую колбу на 250 мл такой объем исследуемой воды, чтобы на определение расходовалось 5-10 мл раствора нитрата серебра, доводят объем раствора до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 1 мл раствора хромата калия и титруют раствором нитрата серебра до исчезающей при перемешивании оранжевой окраски осадка. Для установления конечной точки титрования целесообразно применять "свидетель", в качестве которого используют недотитрованную пробу приблизительно с таким же содержанием хлоридов, как и в исследуемой пробе воды.

#### Р а с ч е т

Содержание хлорид-ионов ( $X$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot N \cdot 35,45 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора нитрата серебра;

35,45 - эквивалентный вес хлорид-иона;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

20,0 - 50,0

50 - 2000

Округление, мг

0,1

1

#### М е р к у р и м е т р и ч е с к о е о п р е д е л е н и е х л о р и д о в

#### П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на том, что хлорид-ионы при взаимодействии с нитратом ртути (II) связываются в малодиссоциированное соединение - хлорную ртуть. Появление избытка ионов ртути (II) при титровании обнаруживается с помощью индикатора дифенил-



карбазона, который в среде разбавленной кислоты (рН - 3,0-3,5) дает с ионами ртути (II) комплекс фиолетового цвета.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 3 мгСг<sup>2+</sup>/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 100-1000 мг Сг<sup>2+</sup>/л не превышает 1%. Продолжительность определения единичной пробы 30 мин.

#### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению мешают ионы железа (III) в концентрациях выше 10 мг/л, ионы железа (II) - выше 100 мг/л, сульфат-ионы - выше 1000 мг/л, бромиды, йодиды, сульфиды.

Влияние ионов железа (III) и сульфат-ионов устраняют следующим образом: в отобранном для анализа объеме пробы вначале удаляют железо, прибавляя 1N раствор едкого натра до рН 7-8 (нельзя использовать аммиак, дающий комплекс с ионами ртути (II) и в итоге - завышенные результаты), раствор нагревают для коагуляции гидроксида железа, осадок отфильтровывают через бумажный фильтр "белая лента", несколько раз промывая на фильтре дистиллированной водой, промывные воды присоединяют к фильтрату; затем фильтрат подкисляют азотной кислотой и осаждают в нем сульфаты прибавлением 5%-ного раствора нитрата бария, выпавший осадок сульфатов отделяют на фильтре "синяя лента", промывают дистиллированной водой, присоединяя промывные воды к фильтрату, в котором далее определяют хлориды. При наличии иодидов и бромидов метод дает суммарное содержание хлорид-бромид-иодид-ионов. Сульфиды разлагают перекисью водорода в щелочной среде.

#### Р е а к т и в ы

1. Х л о р и д н а т р и я , 0,05N р а с т в о р (см. с. 110 ).

2. Х л о р и д н а т р и я , 0,005N р а с т в о р .  
Готовят разведением в 10 раз 0,05N раствора.

3. Д и ф е н и л к а р б а з о н , и н д и к а т о р .  
Растворяют 1 г реактива, ч.д.а., в 96%-ном этиловом спирте-ректификате в мерной колбе вместимостью 100 мл. Раствор устойчив при хранении в темноте в течение месяца. В случае отсутствия дифенилкарбазона раствор может быть приготовлен из дифенилкарбазида: растворяют 1 г дифенилкарбазида,

ч.д.а., в 10 мл уксусной кислоты (пл. 1,05), прибавляют 1 мл пергидроля и выливают раствор в 100 мл дистиллированной воды; выпавший осадок дифенилкарбазона отфильтровывают, промывают водой и растворяют на фильтре в 100 мл 96%-ного этилового спирта-ректификата.

4. Бромфеноловый синий, индикатор ср. Растворяют 0,05 г реактива, ч.д.а., в 100 мл 96%-ного этилового спирта или в 100 мл дистиллированной воды, если реактив водорастворимый.

5. Азотная кислота, 0,05 Н раствор. Готовят из фиксаля или разбавлением 3,2 мл концентрированной азотной кислоты (пл. 1,40),  $\text{HNO}_3$ , дистиллированной водой в мерной колбе до 1 л.

6. Едкий натр, 0,05 Н раствор. Готовят из фиксаля или растворяют 2 г едкого натра,  $\text{NaOH}$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

7. Нитрат ртути (II), 0,05 Н раствор. Растворяют 8,34 г азотнокислой ртути (II),  $\text{Hg}(\text{NO}_3)_2 \cdot 0,5\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., в 100 мл дистиллированной воды, содержащей 2 мл концентрированной азотной кислоты (пл. 1,40) в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

При отсутствии нитрата ртути (II) раствор готовят из оксида ртути (II): растворяют 5,5 г оксида ртути (II),  $\text{HgO}$ , ч.д.а., в 2,5–3 мл концентрированной азотной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой (величина pH полученного раствора должна быть  $\sim 2$ ).

Нормальность раствора нитрата ртути (II) устанавливает по 0,05 Н стандартному раствору хлорида натрия: в коническую колбу на 250 мл отбирают пипеткой 20 мл раствора хлорида натрия, прибавляют 5 капель раствора бромфенолового синего и нейтрализуют до перехода окраски индикатора азотной кислотой, прибавляют еще 1 мл азотной кислоты, раствор разбавляют  $\sim$  до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором нитрата ртути (II) до перехода окраски раствора из желтой в бледно-сиреневую.

Нормальность раствора нитрата ртути (II) рассчитывают по формуле

$$N = \frac{20 \cdot 0,05}{V},$$

где  $V$  — объем раствора нитрата ртути (II), израсходованного на титрование, мл.

8. Н и т р а т р т у т и (II), 0,005N р а с т в о р .  
Готовят разбавлением 0,05N раствора нитрата ртути (II) в 10 раз.

Нормальность раствора устанавливают по 0,005N раствору хлорида натрия.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

В коническую колбу отбирают 100 мл исследуемой воды или меньший ее объем, содержащий 3–20 мг хлорид-ионов, прибавляют 5 капель раствора бромфенолового синего и нейтрализуют до перехода окраски индикатора азотной кислотой, если раствор имеет синюю окраску, или раствором едкого натра, если раствор окрасился в желтый цвет, прибавляют 1 мл азотной кислоты, 5 капель раствора дифенилкарбазона и титруют раствором нитрата ртути (II) до перехода окраски раствора из желтой в бледно-сиреневую.

При малом содержании хлорид-ионов в исследуемой воде ( $< 30$  мг/л) титрование проводят 0,005N раствором нитрата ртути (II). Для этого в коническую колбу отбирают 100–50 мл исследуемой воды, содержащей 0,3–2 мг хлорид-ионов в определяемом объеме, нейтрализуют, как в предыдущем случае, разбавляют до 100 мл дистиллированной водой, если в этом есть необходимость, прибавляют 5 капель дифенилкарбазона и титруют 0,005N раствором нитрата ртути (II). Одновременно проводят холостой опыт со 100 мл дистиллированной воды и всеми используемыми реактивами. Раствор холостого опыта оттитровывают 0,005N раствором нитрата ртути (II) до бледно-сиреневой окраски. Из объема раствора, израсходованного на титрование пробы, вычитают поправку на холостой опыт.

## Р а с ч е т

Содержание хлорид-ионов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot N \cdot 35,45 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора нитрата ртути (П), израсходованного на титрование, мл;

N - нормальность раствора нитрата ртути (П);

35,45 - эквивалентный вес хлорид-иона;

V - объем исследуемой воды, мл.

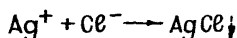
## О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
4,0 - 50,0	0,1
50 - 2000	1

## П о т е н ц и о м е т р и ч е с к о е   т и т р о в а н и е х л о р и д о в   п о   м е т о д у   о с а ж д е н и я

### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на образовании труднорастворимого хлорида серебра при argentометрическом титровании с серебряным индикаторным электродом и хлорсеребряным электродом сравнения.



П о т е н ц и а л   и з м е р я ю т   р Н - м е т р о м -  
- м и л л и в о л ь т м е т р о м .

### Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 5 мг/л хлоридов. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 10 до 100 мг/л  $\text{Cl}^-$  - 5%, при концентрациях от 100 до 1000 мг/л  $\text{Cl}^-$  - 2% (n=10). Продолжительность определения единичной пробы 10 мин.

### М е ш а ю щ и е   в л и я н и я

Ионы, не образующие труднорастворимых солей с серебром, не мешают определению хлоридов. При совместном присутствии иодидов и хлоридов вначале оттитровываются иодиды, первый скачок потенциала совпадает с моментом изменения знака потенциала от минуса к плюсу. Бромиды титруются вместе с

хлоридами. Вещенные вещества не влияют на результаты определений, поэтому пробы воды можно не фильтровать.

#### Приборы и реактивы

1. рН - метр - милливольтметр в комплекте со вспомогательным хлорсеребряным электродом ЭВЛ-1МЭ. При argentометрическом титровании электролитический ключ заполняют насыщенным раствором нитрата калия.

2. Хлорид селективный серебряный электрод - ЭМ-СЭ -01 или ЭСрЛ-01.

3. Запасной серебряный или платиновый электрод для подготовки к работе индикаторного электрода.

4. Магнитная мешалка.

5. Батарея напряжения 4,5 в.

6. Хлорид натрия, 0,05N раствор. Растворяют 2,9221 г NaCl, х.ч., высушенного при 105°C до постоянной массы, в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

7. Нитрат серебра, 0,05N раствор. Растворяют 8,5 г AgNO<sub>3</sub>, ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

Титр раствора нитрата серебра устанавливает по раствору хлорида натрия. Отбирают 10 мл раствора хлорида натрия, доводят объем до 50 мл дистиллированной водой и титруют раствором нитрата серебра до скачка потенциала, как указано в ходе определения.

Расчет титра производят по формуле

$$T = \frac{V \cdot 0,05 \cdot 35,45}{V_1},$$

где V - объем раствора хлорида натрия, взятого на определение, мл;

V<sub>1</sub> - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, мл.

Определение титра раствора нитрата серебра проводят раз в месяц.

#### Подготовка индикаторного электрода

Серебряный электрод покрывают пленкой хлорида серебра (старую пленку предварительно удаляют тонкой наждачной бумагой). Для этого электрод соединяют с положительным полюсом батареи, а отрицательный полюс соединяют с аналогичным серебряным или платиновым электродом. Оба электрода опускают в 0,1N раствор соляной кислоты при 20°C на 10 мин. Электроды с нанесенной пленкой (цвет пленки сиреневато-темно-серый) перед измерением выдерживают в течение 10 ч. в 0,01N растворе соляной кислоты. Электрод хранят в этом же растворе в темном месте.

#### Ход определения

Настройку рН-метра-милливольтметра проводят согласно инструкции, прилагаемой к прибору. Отбирают 10-20 мл нефльтрованной пробы воды (для кислых шахтных вод не менее 100 мл) в стакан вместимостью 150 мл. В случае применения рН - 340 переключатель "Размах" устанавливает в положение "300 mV", ручку переключателя "Род работы" - "+mV", переключатель диапазонов - 2+5. При постоянном перемешивании с помощью магнитной мешалки титруют раствором нитрата серебра. Когда потенциал достигнет ~ 270-280 мВ, раствор начинают добавлять по 2 капли и снимают показания прибора через 30 с. После каждой внесенной порции записывают в журнал значение мВ. По максимальной разности потенциалов находят объем израсходованного на титрование нитрата серебра.

#### Расчет

Содержание хлоридов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{\alpha \cdot T \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора нитрата серебра, израсходованного на титрование, мл;

T - титр раствора нитрата серебра;

V - объем исследуемой воды, мл.

Округление результатов	
Диапазон, мг/л	Округление, мг
10,0 - 50,0	0,1
50 - 2000	1

### МЫШЬЯК

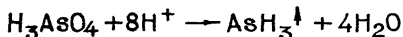
Мышьяк в шахтных водах содержится в количествах от тысячных до сотых долей мг/л. Для его определения рекомендуется фотометрический метод с диэтилдитиокарбаматом серебра приемлемый для нейтральных шахтных вод любого состава и минерализации.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, консервируют концентрированной азотной кислотой (пл. I, 4), прибавляя 5 мл на 1 л воды, и анализируют в течение 1-3 дней после отбора.

#### Фотометрическое определение мышьяка с диэтилдитиокарбаматом серебра

##### Принцип метода

Метод основан на восстановлении мышьяка водородом в присутствии йодистого калия и хлористого олова до легколетучего арсина, который поглощается пиридиновым раствором диэтилдитиокарбамата серебра с образованием растворимого фиолетового комплекса



##### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 0,02 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,02-0,2 мг/л не превышает 10% ( $n = 10$ ). Время определения единичной пробы 2 ч.

##### Мешающие влияния

Определению мешают сульфиды и сероводород, влияние которых устраняют в ходе анализа, поглощая раствором ацетата

свинца. Сурьма до 0,1 мг в исследуемом объеме не мешает определению.

#### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 5 мм.
3. Прибор для отгонки мышьяка (рис.5).
4. Соляная кислота, концентрированная (пл. I,19), х.ч., "без мышьяка".
5. Цинк металлический гранулированный, "без мышьяка".
6. Пиридин, ч. Если реактив имеет коричневый оттенок, его перегоняют и хранят в склянке из темного стекла.
7. Иодид калия, 15%-ный раствор. Растворяют 7,5 г йодида калия, х.ч., в 42 мл дистиллированной воды. Раствор применяют свежеприготовленным.
8. Хлорид олова, ~4%-ный раствор. Растворяют 4 г хлорида олова,  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., в 96 мл концентрированной соляной кислоты (пл. I,19). Раствор применяют свежеприготовленным.
9. Ацетат свинца, ~10%-ный раствор. Растворяют 2,5 г ацетата свинца,  $\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ , х.ч., в 25 мл дистиллированной воды. Вату, пропитанную этим раствором, высушивают на воздухе и хранят в закрытой банке.
10. Диэтилдитиокарбамат серебра. Растворяют 2,25 г диэтилдитиокарбамата натрия в 100 мл дистиллированной воды и приливают по частям при перемешивании 100 мл раствора нитрата серебра (1,7 г нитрата серебра,  $\text{AgNO}_3$ , растворяют в 100 мл дистиллированной воды). Выделившийся светло-желтый осадок карбамата серебра отфильтровывают на воронке Бюхнера, промывают дистиллированной водой, высушивают на воздухе между листами фильтровальной бумаги и хранят в склянке из темного стекла в эксикаторе.
11. Диэтилдитиокарбамат серебра, 0,5%-ный раствор в пиридине. Растворяют 0,25 г диэтилдитиокарбамата серебра в 50 мл пиридина. Раствор хранят в плотно закрытой склянке из темного стекла, раствор устойчив в течение месяца.



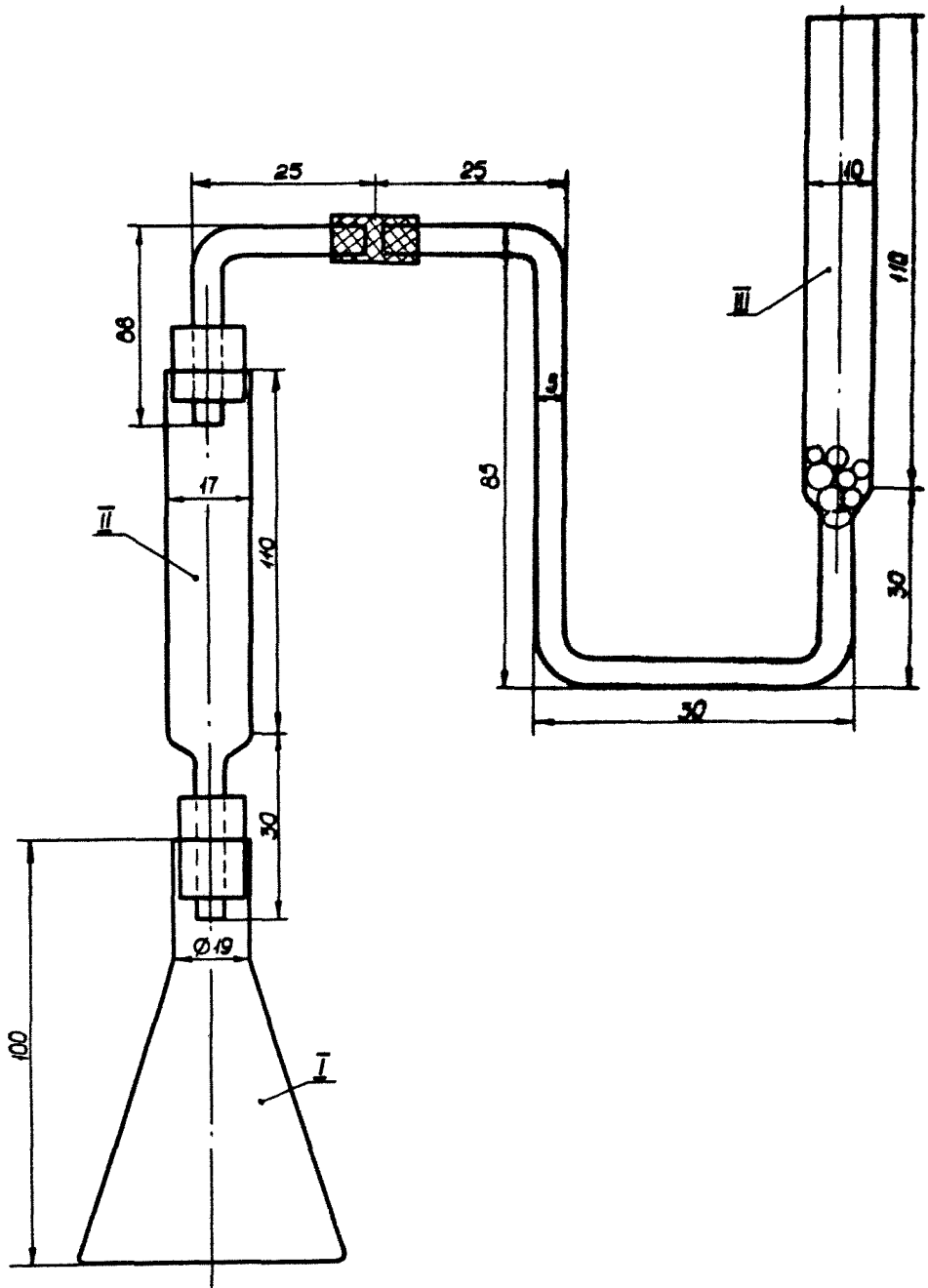


Рис.5. Прибор для определения мышьяка

## 12. Стандартные растворы арсени- та натрия:

А. Основной раствор. Растворяют 2,5614 г арсенида натрия,  $\text{Na}_3\text{AsO}_3$ , ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг мышьяка.

Б. Рабочий раствор. Готовят разведением основного раствора в 10 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг мышьяка.

Перед началом работы необходимо провести холостой опыт с целью проверки реактивов на отсутствие мышьяка.

### Калибровочный график

В реакционные колбы (I) приборов вносят 0; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0 мл рабочего раствора, приливает дистиллированную воду до объема 100 мл. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,002; 0,005; 0,010; 0,020 мг мышьяка. Растворы подкисляют 15 мл концентрированной соляной кислоты (пл. I, 19), приливают 5 мл раствора йодида калия, 0,5 мл раствора хлорида олова, перемешивают и оставляют на 15 мин. для восстановления мышьяка (У) до мышьяка (Ш). В трубки (II) приборов помещают лату, пропитанную ацетатом свинца, в поглотителе (Ш) — 5–6 стеклянных шариков для лучшего поглощения арсина и наливают 2,5 мл раствора диметилдитиокарбамата серебра (поглотительный раствор). В реакционные колбы (I) приборов вносят 5–6 г металлического цинка (10 гранул) и тотчас соединяют все детали приборов. По мере выделения водорода и поглощения арсина раствор диметилдитиокарбамата серебра в поглотителях (Ш) приобретает фиолетовый оттенок. После полного прекращения выделения водорода, поглотители (Ш) отсекают, поглотительный раствор перемешивают и переносят в кювету. Оптическую плотность поглотительных растворов измеряют на ФЭКе в кюветах с толщиной слоя 5 мм с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм), используя в качестве раствора сравнения раствор диметилдитиокарбамата серебра в нитриде. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность — концентрация мышьяка в мг с учетом холостого опыта. Проверку или построение нового калибровочного графика проводят раз в квартал.

## Х о д о п р е д е л е н и я

В реакционную колбу (I) прибора вносят 100 мл профильтрованной через беззольный фильтр "синяя лента" исследуемой пробы воды и проводят определение мышьяка, как при построении калибровочного графика. Поглотители и кюветы после анализа промывают 2-3 раза небольшими порциями ацетона и сушат с помощью груши.

## Р а с ч е т

Содержание мышьяка (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация мышьяка, найденная по калибровочному графику, во взятом для анализа объеме пробы, мг;  
V - объем исследуемой воды, мл.

## О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,020 - 0,100	0,001
0,10 - 0,20	0,01

## Ж Е С Т К О С Т ь

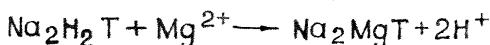
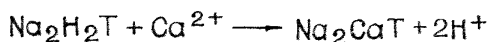
Общая жесткость обусловлена главным образом присутствием растворенных в воде солей кальция и магния и подразделяется на карбонатную и некарбонатную. Количество кальция и магния, эквивалентное количеству гидрокарбонатов и карбонатов, составляет карбонатную жесткость воды. Некарбонатная жесткость определяется как разность между общей и карбонатной жесткостью и показывает количество катионов кальция и магния, соответствующее анионам минеральных кислот: хлоридам, сульфатам. Поскольку при кипячении воды гидрокарбонаты переходят в карбонаты, выпадающие в осадок, карбонатную жесткость называют временной или устранимой жесткостью. Оставшаяся после кипячения жесткость является постоянной. Общая жесткость в шахтных водах колеблется от единиц до десятков мг-экв/л. Для всех типов шахтных вод для определения общей жесткости рекомендуется комплексометрический метод. Пробы отбирают в стеклянную или

полиэтиленовую посуду, не консервируют. Определение может быть проведено сразу после отбора проб или в последующие 2-3 дня.

## Комплексометрическое определение общей жесткости

### Принцип метода

Метод основан на способности комплексона III (ЭДТА, трилон Б, версен, хелатон III) образовывать с ионами магния и кальция в щелочной среде малодиссоциированные комплексы:



При титровании вначале с комплексоном III связываются ионы кальция, а затем магния. При введении в исследуемую воду индикатора эриохромчерного Т (хромоген черный специальный ЕТ-00), он образует с ионами магния красно-фиолетовое комплексное соединение. При последующем титровании комплексоном III последний, соединяясь с ионами кальция и затем с ионами магния, вытесняет индикатор, который в свободной форме имеет сине-голубую окраску. В эквивалентной точке индикатор дает резкий переход окраски



Для получения воспроизводимых результатов необходимо, чтобы титруемый раствор имел  $\text{pH} = 10^{+0,2}$  и достаточное количество ионов магния.

### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 0,5 мг-экв/л. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 5 до

50 мг-экв/л составляет 1% ( $\text{N} = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы нейтральных солоноватых вод 10 мин.

#### Мешающие влияния

Определение мешают взвешенные вещества, ионы меди, кобальта, никеля  $> 0,1$  мг/л, железа  $> 5$  мг/л, алюминия  $> 10$  мг/л, марганца (III)  $> 0,05$  мг/л. Другие катионы: свинец, кадмий, марганец (II), цинк, барий, стронций титруются вместе с кальцием и магнием и несколько завышают результаты анализа. Для устранения влияния ионов меди, цинка, свинца, кадмия, кобальта, никеля, железа, алюминия добавляют сульфид натрия. Марганец удерживает в двухвалентном состоянии путем присоединения раствора гидроксиламина.

Мешающие катионы также можно быстро удалять с помощью диэтилдитиокарбамата натрия. Этот метод применяется, главным образом, при определении кальция и магния в кислых шахтных водах с высоким содержанием железа (III) и (II), марганца (II), цинка и др. Удаление мешающих ионов основано на их осаждении в виде малорастворимых диэтилдитиокарбаматов тяжелых металлов. При этом алюминий выпадает в виде гидроксида. Диэтилдитиокарбамат натрия частично разлагается в кислой среде, однако, продукты его распада не мешают определению кальция и магния. Для осаждения тяжелых металлов отбирают 100–200 мл отфильтрованной воды в стакан вместимостью 250 мл и при постоянном перемешивании добавляют небольшими порциями ( $\sim 100$  мг) сухой диэтилдитиокарбамат натрия, до тех пор, пока pH раствора повысится до 7 (контроль по pH-метру). При pH исследуемой воды менее 2 для снижения расхода диэтилдитиокарбамата натрия перед его добавлением воду нейтрализуют сухим едким натром до pH = 3. После осаждения мешающих ионов воду фильтруют через фильтр "синяя лента". Отбирают определенный объем фильтрата и определяют жесткость и кальций, как описано в ходе определения.

Если в сосуде с пробой в промежуток времени между ее отбором для анализа и обработкой выделится углекислый кальций, то пробу надо обработать способом, описанным для определения кальция.

Для устранения влияния карбонатных и бикарбонатных ионов пробу следует оттитровать не более, чем через 5 мин. после

добавления аммиачного буферного раствора. Если щелочность превышает 6 мг-экв/л, то прибавляют эквивалентное количество 0,1 N раствора соляной кислоты и кипятят 5 мин.

Взвешенные вещества удаляют фильтрованием пробы через фильтр "синяя лента".

#### Р е а к т и в ы:

1. Все растворы готовят на дистиллированной воде, не содержащей следов меди. Необходимо пользоваться водой, перегнанной в стеклянном аппарате или пропущенной через колонку с катионитом в  $H^+$ -форме (высота колонки 0,5 м, диаметр 35 мм, скорость протекания 2 л/час). Качество дистиллированной воды испытывают следующим образом: к 100 мл дистиллята добавляют 1 мл аммиачного буферного раствора и индикатора. Голубая с синеревым оттенком окраска раствора указывает на чистоту воды.

2. А м м и а ч н ы й б у ф е р н ы й р а с т в о р, рН 10. Растворяют 20 г хлорида аммония, х.ч., в дистиллированной воде, добавляют 100 мл концентрированного раствора аммиака, х.ч., (пл. 0,9) и доводят объем в мерной колбе до 1 л.

3. Г и д р о к с и л а м и н с о л я н о к и с л о д ы й, 1%-ный р а с т в о р. Растворяют 1 г реактива, ч.д.а., в 100 мл дистиллированной воды.

4. С у л ь ф и д н а т р и я , с у х о й,  $Na_2S \cdot 9H_2O$ , ч. д. а.

5. И н д и к а т о р. Тщательно растирают 0,5 г индикатора (эриохромчерный Т или кислотный хромтемносиний) в фарфоровой ступке с 50 г хлорида натрия, х.ч.

6. С т а н д а р т н ы й р а с т в о р с о л е й к а л ь ц и я и м а г н и я.

Соль кальция, 0,05 N раствор. Растворяют 2,5025 г карбоната кальция, х.ч., (предварительно высушенного при  $110^{\circ}C$  в течение часа) в мерной колбе вместимостью 1 л в 8-9 мл концентрированной соляной кислоты, х.ч., (пл. 1,19). По окончании реакции в колбу осторожно по каплям добавляют еще соляную кислоту до полного растворения карбоната и разбавляют дистиллированной водой до метки.

Соль магния, 0,05 N раствор. Растворяют 6,1625 г сульфата магния,  $MgSO_4 \cdot 7H_2O$ , х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л, в раствор добавляют 5-6 капель

концентрированной серной кислоты (пл. I, 84).

Для приготовления 0,05 Н раствора смеси солей кальция и магния в мерную колбу вместимостью I л вносят 250 мл 0,05 Н раствора соли магния и доводят до метки 0,05 Н раствором соли кальция.

7. К о м п л е к с о н Ш, 0,05 Н р а с т в о р.  
Растворяют 9,3 г реактива, ч., в дистиллированной воде и фильтруют, если раствор получился мутным. Объем раствора доводят в мерной колбе вместимостью I л дистиллированной водой до метки.

0,01 Н раствор готовят разбавлением 0,05 Н раствора в 5 раз.

Нормальность раствора комплексона Ш устанавливают по раствору смеси солей кальция и магния. В коническую колбу вместимостью 250 мл вносят 20 мл раствора смеси солей кальция и магния, объем доводят дистиллированной водой до 100 мл, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, 0,1 г (щепотку) одного из индикаторов и медленно титруют при интенсивном перемешивании раствором комплексона до отчетливого изменения цвета раствора.

При установке точной нормальности 0,01 Н раствора комплексона необходимо пользоваться хромтемносиним индикатором, как наиболее чувствительным.

Нормальность раствора комплексона Ш рассчитывают по формуле

$$N = \frac{20 \cdot 0,05}{V},$$

где V - объем раствора комплексона Ш, израсходованного на титрование, мл.

Раствор комплексона Ш можно приготовить из фиксаля.

Х о д о п р е д е л е н и я

К 100 мл профильтрованной исследуемой воды или другому объему, доведенному до 100 мл дистиллированной водой, добавляют 5 мл аммиачного буферного раствора, ~ 100 мг индикатора и медленно титруют раствором комплексона при энергичном перемешивании до перехода красно-фиолетовой окраски в сине-го-

лубу. Реакция в точке эквивалентности протекает несколько замедленно, поэтому в конце титрования раствор следует особенно энергично перемешивать. При прибавлении избытка комплексона окраска больше не меняется, поэтому в качестве эталона может служить перетитрованная проба.

Если отсутствует резкий переход окраски в точке эквивалентности, в пробу перед внесением индикатора добавляют несколько кристаллов сульфида натрия. После добавления сульфида натрия изменение цвета раствора при титровании комплексом вполне отчетливо, однако окраска раствора может отличаться от обычной.

В присутствии марганца, после добавления буферного раствора и индикатора, цвет раствора быстро изменяется, переходя в серый, и титрование становится невозможным. Влияние марганца при небольших концентрациях устраняется добавлением 2 мл раствора гидроксилamina солянокислого.

При общей жесткости воды менее 5 мг-экв/л используют для титрования 0,01 N раствор комплексона III.

#### Р а с ч е т

Общую жесткость воды (X) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{c \cdot N \cdot 1000}{V},$$

где c - объем раствора комплексона III, израсходованного на титрование, мл;

N - нормальность раствора комплексона III;

V - объем исследуемой воды, мл.

Диапазон, мг-экв/л	Округление, мг-экв
0,50 - 2,00	0,01
2,0 - 50,0	0,1

## К А Л Ь Ц И Й

Ионы кальция присутствуют во всех шахтных водах и воде водоемов и содержатся в количестве от нескольких мг до сотен мг/л.



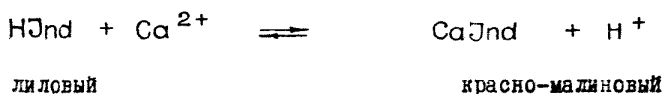
Для определения кальция рекомендуется комплексометрический метод с использованием индикаторов мурексида или кальциона. Метод прост, достаточно надежен и может быть применен для анализа различных типов вод. Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, не консервируют.

### Комплексометрическое определение

#### Принцип метода

Определение основано на способности ионов кальция образовывать устойчивые комплексы с комплексонам III в сильнощелочной среде (рН 12-13). Подобный комплекс ионов магния в этой среде разрушается с выделением гидроксида магния. При титровании раствором комплексона III полное связывание ионов кальция обнаруживается по изменению окраски индикатора.

Раствор комплекса мурексида с кальцием окрашен в красно-малиновый цвет, свободная форма индикатора - лиловый.



При использовании кальциона переход окраски от фиолетово-розовой до синей.

#### Характеристика метода

Минимальная определяемая концентрация 1 мг/л  $\text{Ca}^{2+}$ . Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 20 до 100 мг/л  $\text{Ca}^{2+}$  составляет 1,5% ( $n = 10$ ), при концентрациях 200-500 мг/л  $\text{Ca}^{2+}$  - 1% ( $n = 10$ ), продолжительность определения единичной пробы 10 мин.

#### Мешающие влияния

Титрование ионов кальция возможно при совместном присутствии ионов тяжелых металлов и магния в концентрациях

не превышающих: для меди - 0,2 мг/л, цинка, свинца, никеля, марганца, железа, алюминия - 1 мг/л каждого элемента и магния 3 мг в определяемом объеме. При более высоких концентрациях ионов тяжелых металлов добавляют в пробу сульфид натрия. Мешающее влияние ионов магния устраняют или уменьшением объема пробы, взятого для анализа, или, при значительном содержании  $Mg^{2+}$  (соотношение Mg : Ca более 1), осаждением его 2N раствором едкого натра (pH = 12-13) в мерной колбе вместимостью 100 мл. 20-40 мл пробы разбавляют дистиллированной водой ~ до 90 мл и медленно по каплям прибавляют раствор едкого натра, хорошо перемешивают, при этом незначительное количество ионов кальция соосаждается с  $Mg(OH)_2$ . Объем раствора доводят до метки дистиллированной водой и после отстаивания осадка в течение 1,5-2 ч. (время отстаивания не должно превышать 2 ч. для исключения потерь кальция) отбирают прозрачную алиquotную часть фильтрата для титрования.

Если в отобранной пробе за время, предшествующее анализу, выпал в осадок карбонат кальция и встряхиванием его нельзя снова перевести в раствор, необходимо слить из склянки жидкую фазу, растворить осадок, приставший к стенкам, в 2 мл разбавленной соляной кислоты (1:5) и пробу снова налить в склянку. В подготовленной таким образом пробе нельзя производить определения: pH, щелочности, хлоридов, окисляемости,  $BPK_5$ , марганца, растворенных и взвешенных веществ.

Взвешенные вещества устраняют фильтрованием пробы. Об устранении влияния карбонатных и бикарбонатных ионов см. с. 124.

В кислых шахтных водах мешающие определению кальция катионы удаляют с помощью диэтилдитиокарбамата натрия (см.с.124).

#### Р е а к т и в ы

1. Д и с т и л л и р о в а н н а я   в о д а (см.с.125).  
Для проверки ее качества к 100 мл воды прибавляют 2 мл раствора едкого натра и сухой смеси мурексида. Яркое лиловое окрасивание указывает на чистоту воды, красное с палевым оттенком - на присутствие меди или других тяжелых металлов.

#### 2. И н д и к а т о р.

а) М у р е к с и д. Сухую смесь индикатора готовят растиранием в ступке 0,2 г мурексида и 100 г хлорида натрия, х.ч.

б) К а л ь ц и о н. 1 г кальциона растирают со 100 г хлорида натрия, х.ч., в тонкий порошок.

Приготовленную сухую смесь хранят в склянке с хорошо притертой стеклянной пробкой.

3. Е д и н ы й н а т р, 2Н р а с т в о р. Растворяют 80 г реактива, х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.

4. С т а н д а р т н ы й р а с т в о р с о л е й к а л ь ц и я и м а г н и я. Приготовление см. с. 125.

5. К о м п л е к с о н И, те же растворы, что и для определения общей жесткости.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

1. В п р и с у т с т в и и м у р е к с и н а. К 100 мл профильтрованной исследуемой воды или меньшему объему, доведенному до 100 мл дистиллированной водой, добавляют 2 мл раствора едкого натра, 10-15 мг мурексида и медленно титруют раствором комплексона при интенсивном перемешивании. Переход окраски от красно-малинового цвета к лиловому свидетельствует о конце титрования. В качестве "свидетеля" используют перетитрованную пробу.

2. В п р и с у т с т в и и к а л ь ц и о н а. 100 мл исследуемой воды или меньший ее объем, доведенный до 100 мл дистиллированной водой, подщелачивают 2 мл раствора едкого натра, прибавляют 100 мг сухой смеси кальциона и титруют раствором комплексона III до перехода фиолетово-розовой окраски в синюю, неизменяющейся после добавления 1-2 капель избытка комплексона III. Если после внесения кальциона проба сразу окрашивается в синий цвет, необходимо устранить влияющие магния одним из способов, указанных на с. 129. Для вариантов 1 и 2 в случае нечеткого перехода окраски в точке эквивалентности, в пробу после ее подщелачивания добавляют несколько кристаллов сульфида натрия.

При содержании кальция менее 50 мг/л пробу титруют 0,01 Н раствором комплексона III.

#### Р а с ч е т

Содержание кальция (X) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot N \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора комплексона III, израсходованного на титрование, мл;

$N$  - нормальность раствора комплексона III;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

Для пересчета в мг/л следует число мг-экв/л кальция умножить на 20,04.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
10,0 - 100,0	0,1
100 - 800	I
> 800	10

### М А Г Н И Й

Содержание магния определяют по разности между мг-экв/л общей жесткости и мг-экв/л кальция.

Р а с ч е т

Содержание магния ( $x$ ) в мг-экв/л рассчитывают по формуле

$$x = \alpha - \beta$$

где  $\alpha$  - величина общей жесткости, мг-экв/л;

$\beta$  - содержание ионов кальция, мг-экв/л.

Для пересчета в мг/л следует число мг-экв/л магния умножить на 12,16.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
12,0 - 60,0	0,1
60 - 500	I
> 500	10

### Ж Е Л Е З О

В пресных и солоноватых шахтных водах железо содержится в количествах от десятых долей мг до нескольких мг/л и находится в растворенном, коллоидном и взвешенном состояниях.

Растворенную и коллоидную формы рассматривают совместно. Растворенное железо находится в воде, в основном, в виде комплексных соединений с органическими и неорганическими веществ-

вами; коллоидная форма представляет собой гидратированные формы железа (III) и комплексы железа с органическими соединениями.

Для определения железа в пресных и солоноватых шахтных водах рекомендуется фотометрический метод с применением орто-фенантролина, одного из высокочувствительных реактивов на железо.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Для определения растворенных форм железа пробы фильтруют непосредственно после отбора через мембранные фильтры № 3, валовое железо (сумма растворенного и взвешенного) определяют в нефiltroванных пробах. При отсутствии мембранных фильтров определяют валовое железо. Сразу после отбора фильтрованные и нефiltroванные пробы консервируют до pH = 1 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), добавляя ~ 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л воды и хранят не более 2-3-х суток.

#### Фотометрическое определение железа с орто-фенантролином

##### П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на образовании оранжево-красных комплексных ионов при взаимодействии железа (II) с орто-фенантролином в кислой среде; железо (III) предварительно восстанавливают солянокислым гидросиламином.

##### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация железа 0,1 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентрации 0,1-5 мг/л составляет соответственно 2-1% (n = 15). Продолжительность определения единичной пробы 1 ч.

##### М е ш а ю щ е в л и я н и я

Определению железа с орто-фенантролином не мешают следующие характерные для шахтных вод концентрации ионов: фосфатов - 20 мг/л, кобальта и меди - 5 мг/л, никеля - 2 мг/л, цинка - до концентрации, превышающей содержание железа в 10 раз, марганца до 0,5 мг в исследуемом объеме.

## Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.

2. Кюветы с толщиной слоя 30 мм.

3. Орто-фенантролин. Растворяют 0,28 г орто-фенантролина моногидрата,  $C_{12}H_8N_2 \cdot H_2O$ , или 0,5 г орто-фенантролина солянокислого,  $C_{12}H_8N_2 \cdot 6H_2O$ , ч.д.а., в дистиллированной воде, нагретой до  $80^{\circ}C$  (кипячение не допускается), и доводят объем раствора в мерной колбе до 100 мл. Раствор хранят в склянке из темного стекла в прохладном месте (потемневший раствор к употреблению непригоден).

4. Гидроксиламин солянокислый, 10%-ный раствор. Растворяют 10 г гидроксилamina солянокислого,  $NH_2OH \cdot HCl$ , ч.д.а., в 90 мл дистиллированной воды.

5. Ацетат натрия, 25%-ный раствор. Растворяют 25 г ацетата натрия,  $CH_3COONa$ , ч.д.а., в 75 мл дистиллированной воды.

6. Соляная кислота, х.ч., разбавленная (1:9).

7. Бромфеноловый синий (см.с.113).

8. Азотная кислота, концентрированная (пл. I,40), х.ч.

9. Персульфат аммония,  $(NH_4)_2S_2O_8$ , сухой, х.ч.

10. Стандартные растворы железа.

А. Основной раствор. Растворяют 0,8634 г перекристаллизованных железо-аммонийных квасцов,  $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ , в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л, прибавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты (пл. I,19) и доводят дистиллированной водой объем раствора до метки. 1 мл раствора содержит 0,1 мг железа.

Для перекристаллизации готовят насыщенный раствор железо-аммонийных квасцов: растворяют 120 г квасцов, ч.д.а., при нагревании в 100 мл дистиллированной воды, содержащей 5 мл концентрированной серной кислоты (пл. I,84) и 1 мл пергидроля, раствор фильтруют и оставляют стоять в прохладном месте образования фиолетовых кристаллов, которые отфильтровывают, промывая небольшим количеством воды, затем этиловым

спиртом (ректификат) и высушивают между листами фильтровальной бумаги.

**Б. Рабочий раствор.** Готовят разбавлением основного раствора в 20 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,005 мг железа. Раствор должен быть свежеприготовленным.

#### К а л и б р о в о ч н ы й   г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 50 мл отбирают 0; 0,5; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 мл рабочего раствора, прибавляют 1 мл соляной кислоты, дистиллированную воду ~ до 20 мл и раствор ацетата натрия, необходимое количество которого находят титрованием отдельной порции рабочего раствора аналогичного объема и также обработанной в присутствии 6-7 капель бромфенолового синего до перехода окраски индикатора. Затем приливают 1 мл раствора солянокислого гидроксиламина, 1 мл раствора орто-фенантролина, тщательно перемешивая содержимое после добавления каждого реактива. Дистиллированной водой доводят объемы растворов до метки. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0; 0,0025; 0,005; 0,010; 0,020; 0,030; 0,040; 0,050 мг железа. Через 15 мин. измеряют оптическую плотность каждого раствора на ФЭКе с зеленым светофильтром ( $\lambda = 490$  нм) в киветях с толщиной слоя 30 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация железа в мг. Проверку или построение нового калибровочного графика производят каждый раз с вновь приготовленным раствором орто-фенантролина.

Вследствие того, что окраска комплексов железа (II) с орто-фенантролином устойчива в течение 6-ти месяцев вместо калибровочного графика можно использовать стандартную шкалу (при отсутствии ФЭКа), которую готовят аналогичным способом.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Определению, как валового, так и растворенных форм железа должна предшествовать подготовка пробы - минерализация с целью разрушения комплексных соединений железа. Для этого в коническую колбу на 500 мл вносят 200 мл нефилтрованной или профильтрованной через мембранный фильтр № 3 исследуемой во-

ды (с учетом объема, необходимого для определения алюминия), подкисляют азотной кислотой до pH = 1, если проба не была за- консервирована (контроль по универсальной индикаторной бума- ге), фильтруют, если проба содержит угольно-породную взвесь, прибавляют 0,2 г персульфата аммония и кипятят в течение 20 мин, закрыв колбу воронкой (для равномерного кипячения в колбу помещают несколько кусочков пористого стекла). При вы- падении хлопьев двуокиси марганца в кипящий раствор вносят несколько кристалликов сернокислого гидразина. Охлажденную пробу количественно переносят в мерную колбу вместимостью 200 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой.

В мерную колбу вместимостью 50 мл отбирают 25 мл подготов- ленной для анализа воды или меньший ее объем с содержанием железа 0,0025-0,05 мг, прибавляют раствор ацетата натрия, ко- личество которого находят титрованием отдельной порции подго- товленной пробы такого же объема с бромфеноловым синим и да- лее продолжают, как при построении калибровочного графика. Аналогично обрабатывают холостую пробу с дистиллированной во- дой, в сравнении с которой измеряют оптические плотности ис- следуемых растворов. Концентрацию железа во взятом для анали- за объеме пробы находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание железа (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация железа, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг,

V - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

0,10 - 5,00

5,0 - 10,0

Округление, мг

0,01

0,1



## А Л Ю М И Н И Й

В пресных и солоноватых шахтных водах с  $\text{pH} > 6$  содержание алюминия колеблется от десятых долей мг до нескольких мг/л. Алюминий находится в растворах исключительно в трехвалентном состоянии. Соли алюминия в воде гидролизуются, гидроксид алюминия начинает осажаться при  $\text{pH} \sim 4$ , а при  $\text{pH}$  выше 9 переходит в растворимый алюминат-ион.

Для определения алюминия в шахтных водах с  $\text{pH} > 6$  рекомендуется фотометрический метод с применением эриохромцианина R, одного из высокочувствительных реагентов на алюминий. Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, если надо определить алюминий только в растворе, пробы воды фильтруют непосредственно после отбора. Нефильтрованную или профильтрованную пробу консервируют до  $\text{pH} = 1$  (контроль по универсальной индикаторной бумаге) концентрированной азотной кислотой.

### Фотометрическое определение алюминия с эриохромцианином R

#### П р и н ц и п м е т о д а

В основу метода определения алюминия, без предварительного его отделения от других компонентов, положена цветная реакция с эриохромцианином R, который в слабокислой среде взаимодействует с алюминием с образованием красно-фиолетового растворимого в воде комплекса. Гидратированные ионы алюминия медленно реагируют с органическими реагентами, поэтому эриохромцианин вводят в кислый раствор и только после этого создают оптимальное значение  $\text{pH}$  реакции равное 6.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация алюминия 0,08 мг/л. Относительное стандартное отклонение при концентрациях до 0,1 мг/л алюминия составляет 10% ( $n = 10$ ), при концентрациях от 1 до 10 мг/л — 1% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 40 мин.

## М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению алюминия с эриохромцианином R мешают железо (III), фториды выше 0,5 мг/л, органические, а также взвешенные вещества. Цинк, свинец, никель, олово, в тех количествах, в которых они содержатся в шахтных водах, определению алюминия при выбранных условиях анализа не мешают. Марганец до 3 мг/л в присутствии аскорбиновой кислоты не мешает определению. Влияние железа (III) устраняют введением в раствор аскорбиновой кислоты, которая восстанавливает железо (III) до железа (II), последний не мешает определению. Фториды удаляют выпариванием пробы с сильными кислотами. Определенный объем исследуемой воды выпаривают с 2-3 мл концентрированной серной кислоты до появления белых паров, добавляют 2 мл концентрированной соляной кислоты и снова полностью выпаривают. Твердый остаток обрабатывают 10 мл дистиллированной воды и 1 мл концентрированной соляной кислоты. Фильтруют через беззольный фильтр, собирая фильтрат в мерную колбу вместимостью 50 мл и далее продолжают как в ходе определения. Одновременно с фторидами разрушаются органические вещества. Взвешенные вещества удаляют фильтрованием пробы.

## П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Ф о т о э л е к т р о к о л о р и м е т р .
2. К ю в е т ы с т о л щ и н о й с л о я 30 м м .
3. Э р и о х р о м ц и а н и н R . Растворяют 750 мг реактива в 200 мл дистиллированной воды, прибавляют 25 г хлорида натрия, х.ч., 25 г нитрата аммония, х.ч., 2 мл азотной кислоты, х.ч., (пл. I,40) и разбавляют дистиллированной водой до 1 л. Реактив применяют через 10 дней после приготовления.
4. А ц е т а т н ы й б у ф е р н ы й р а с т в о р . Растворяют 320 г ацетата аммония, х.ч., в дистиллированной воде, прибавляют 5 мл уксусной кислоты (пл. I,05) и разбавляют раствор до 1 л. Величина pH полученного раствора должна быть 6,0.
5. А с к о р б и н о в а я к и с л о т а , ~10%-н ы й р а с т в о р . Растворяют 2,5 г реактива в 25 мл дистиллированной воды. Раствор применяют сведеприготовленным.
6. М е т и л о в ы й к р а с н ы й . Растворяют 0,1 г индикатора в 100 мл этилового спирта.

7. Аммиак, ч. д. а., разбавленный (1:4).
8. Соляная кислота, х. ч., 0,5N раствор.
9. Стандартные растворы алюминия.

А. Основной раствор. Растворяют 1,7582 г алюмокалиевых квасцов  $KAl(SO_4)_2 \cdot 12 H_2O$ , ч. д. а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг алюминия.

Б. Рабочий раствор. 10 мл основного раствора разбавляют дистиллированной водой до 1 л в мерной колбе. 1 мл раствора содержит 0,001 мг алюминия. Рабочий раствор готовят непосредственно перед употреблением.

#### К а л и б р о в о ч н ы й   г р а ф и к

В мерные колбы вместимостью 50 мл отбирают 0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0; 30,0 мл рабочего стандартного раствора, прибавляют дистиллированную воду ~ до 30 мл, 1 каплю метилового красного, вводят осторожно по каплям соляную кислоту до перехода окраски индикатора из желтой в розовую. Добавляют 0,5 мл раствора аскорбиновой кислоты, 5 мл раствора эриохромцианина и 5 мл ацетатного буферного раствора, тщательно перемешивая пробу после добавления каждого реактива. Дистиллированной водой доводят раствор до метки, перемешивают. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0; 0,002; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020; 0,030 мг. Через 5 мин. измеряют оптическую плотность на ФЭКе с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм) в кюветках с толщиной слоя 30 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация алюминия в мг. Проверку или построение нового калибровочного графика производят каждый раз с вновь приготовленным раствором эриохромцианина.

#### Х о д   о п р е д е л е н и я

В мерную колбу вместимостью 50 мл отмеряют 10-25 мл подготовленной для анализа (см. с. 135) исследуемой воды с содержанием алюминия 0,002-0,03 мг, прибавляют 1 каплю метилового красного, нейтрализуют раствором аммиака, добавляют по каплям соляную кислоту до перехода окраски индикатора и далее продолжают, как указано при построении калибровочного

графика. Аналогично обрабатывают холостую пробу с дистиллированной водой. Концентрацию алюминия находят по калибровочному графику.

Р а с ч е т

Содержание алюминия (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация алюминия, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление

0,10 - 1,00

0,01

1,0 - 5,0

0,1

#### ЖЕЛЕЗО И АЛЮМИНИЙ В КИСЛЫХ ШАХТНЫХ ВОДАХ

В кислых шахтных водах содержание железа (II, III) и алюминия колеблется от нескольких десятков до сотен и тысяч мг/л.

Железо (III) и алюминий в кислых водах представлены сульфатными, железо (II) - сульфатными и бикарбонатными солями.

Для кислых шахтных вод рекомендуется комплексонометрический метод последовательного определения ионов железа (III, II) и алюминия из одного объема пробы воды.

Если к выполнению определения нельзя приступить сразу после отбора проб и их транспортировка занимает несколько часов, пробы консервируют. В зависимости от цели анализа консервируют профильтрованные или нефильтрованные пробы. Фильтрование проводят через мембранный фильтр № 3, если для этого есть необходимые условия, или через фильтр "синяя лента". При консервации на 1 л пробы прибавляют 5 мл концентрированной серной кислоты (пл. 1,84) и 1,0-1,5 г сульфата аммония.

# Комплексометрическое определение железа (Ш, П) и алюминия

## П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на образовании в кислой среде прочных комплексов ионов железа (Ш) и алюминия с комплексоном Ш. В качестве индикаторов используют салициловую или сульфосалициловую кислоту и ее натриевую соль. Образование комплексов железа (Ш) и алюминия с комплексоном зависит от температуры растворов, рН среды, избытка комплексона при образовании комплексоната алюминия. Оптимальные условия проведения реакций предусмотрены в ходе определения.

## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация ионов железа (Ш) или (П) 10 мг/л. Относительное стандартное отклонение для всего диапазона концентраций не превышает 2% ( $n = 10$ ).

Минимальная определяемая концентрация ионов алюминия 5 мг/л при объеме пробы 100 мл. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 20 до 80 мг/л составляет 6%, от 100 до 600 мг/л - 3% ( $n = 10$ ).

Время определения железа (Ш, П) и алюминия в единичной пробе 1 ч.

## М е ш а ю щ и е в л и я н и я

В условиях прописи методики определению не мешают содержащиеся в кислых шахтных водах катионы и анионы.

## П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Лабораторный рН-метр.
2. Магнитная мешалка.
3. Железо-аммонийные квасцы, стандартный раствор. В мерной колбе вместимостью 1 л растворяют в дистиллированной воде, в которую предварительно прибавлено 25 мл серной кислоты, х.ч., (1:9), 8,6350 г перекристаллизованных железо-аммонийных квасцов (см. с. 133), объем доводят до метки дистиллированной водой и тщательно перемешивают. 1 мл раствора содержит 1 мг железа (Ш).
4. Комплексон Ш, 0,025 М раствор.

Готовят из фиксанала, растворяя навеску фиксанала в 2 л дистиллированной воды. При отсутствии фиксаналов растворяют 9,3 г реактива, ч.д.э. или ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят объем раствора до метки.

Для определения молярности раствора комплексона III отбирают 20 мл стандартного раствора железо-аммонийных квасцов, доводят объем до 100 мл дистиллированной водой и титруют так же, как в ходе определения железа (III). Молярность раствора комплексона рассчитывают по формуле

$$M = \frac{20 \cdot 0,001 \cdot 0,025}{V \cdot 0,001396},$$

где V - объем раствора комплексона III, израсходованного на титрование, мл;

0,001 - количество железа, содержащееся в 1 мл стандартного раствора, г;

0,001396 - количество железа, соответствующее 1 мл точно 0,025M раствора комплексона, г.

5. Персульфат аммония или калия, х.ч., сухой.

6. Соляная кислота, (пл. I,19), х.ч., разбавленная (1:1).

7. Сульфосалициловая кислота или сульфосалицилат натрия, сухие или их водные растворы, 10 г реактива растворяют в 90 мл дистиллированной воды.

Салициловая кислота. 10 г кислоты растворяют в 100 мл этилового спирта.

8. Метилловый красный. Приготовление см. с. 137.

9. Аммиак, ч.д.а., разбавленный (1:3).

10. Ацетатный буферный раствор (pH = 5,2). Растворяют 540 г ацетата натрия в дистиллированной воде, доводят объем до 1 л и смешивают с 1 л 1N уксусной кислоты. Для приготовления уксусной кислоты в мерную колбу вместимостью 1 л вносят 57,1 мл ледяной уксусной кислоты

и разбавляют дистиллированной водой до метки.

II. Хлорид железа (Ш), 0,025М раствор. Растворяют 7 г реактива, ч.д.а., в 1 л 0,01N раствора соляной кислоты.

Для определения молярности раствора хлорида железа в коническую колбу вместимостью 250 мл вносят 20 мл раствора комплексона Ш (0,025М), доводят объем до 100 мл дистиллированной водой, прибавляют 1 мл раствора салициловой кислоты, 1 каплю метилового красного и нейтрализуют аммиаком до перехода окраски раствора из розовой в желтую. Добавляют 2 капли соляной кислоты (1:1) и продолжают анализ как при определении алюминия. Молярность раствора хлорида железа (Ш) рассчитывают по формуле

$$M_t = \frac{20 \cdot 0,025}{V},$$

где V — объем раствора хлорида железа, израсходованного на титрование, мл.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

##### О п р е д е л е н и е ж е л е з а (Ш)

В химический стакан вместимостью 150 мл отбирают в зависимости от содержания железа 10–100 мл исследуемой пробы (если предполагаемое содержание железа (Ш) составляет 100–200 мг/л, отбирают 100 мл пробы, при 800–1000 мг/л железа (Ш) — 10–20 мл), прибавляют при малом объеме пробы дистиллированной воды до объема 70–80 мл и под контролем pH-метра раствором соляной кислоты доводят pH до 1.

Если проба была законсервирована и ее pH < 1, прибавляют раствор аммиака до pH = 1.

Пробу из стакана переносят в термостойкую коническую колбу вместимостью 250 мл, промывая дистиллированной водой стакан и электроды так, чтобы объем раствора в колбе был равен ~ 100 мл. К раствору прибавляют 1 мл раствора салициловой или сульфосалициловой кислоты, помещают в колбу термометр и нагревают на электроплитке до 60–70°C. Нагретую пробу титруют раствором комплексона Ш до исчезновения лилово-фиолетовой окраски. Проба становится бесцветной при малом содержании

железа или приобретает при более высоких концентрациях железа (Ш) лимонно-желтую окраску, интенсивность которой усиливается с повышением концентрации железа (Ш).

#### Р а с ч е т

Содержание железа Ш (Х) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{a \cdot M \cdot 55,85 \cdot 1000}{V}$$

где  $a$  - объем раствора комплексона Ш, израсходованного на титрование, мл;

$M$  - молярность раствора комплексона Ш;

$V$  - объем исследуемой воды, мл;

55,85 - масса атома железа.

#### О п р е д е л е н и е ж е л е з а (П)

Раствор, в котором оттитрованы ионы железа (Ш), вновь нагревают, если он охладился до 60-70°C и прибавляют на кончике шпателя несколько кристалликов персульфата аммония. При этом железо (П) окисляется до железа (Ш), и раствор вновь окрашивается в лилово-фиолетовый цвет. Титруют раствором комплексона Ш до исчезновения лилово-фиолетовой окраски. После окончания титрования обязательно прибавляют 2-3 кристаллика персульфата аммония, чтобы убедиться в полном окислении железа (П). При значительном содержании железа (П) может быть так, что персульфат аммония потребует добавить в процессе титрования несколько раз. Но всегда следует помнить, что избыточный персульфат будет помехой для дальнейшего определения ионов алюминия.

#### Р а с ч е т

Содержание железа (П) в мг/л рассчитывают по формуле для расчета железа (Ш).

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

10,0 - 100,0

100 - 1000

Округление, мг

0,1

1



### О п р е д е л е н и е а л ю м и н и я

В раствор после определения железа (Ш) и (П) прибавляют раствор комплексона в таком количестве (10-20 мл), чтобы после комплексования алюминия остался его избыток в количестве 5-10 мл, т.е., чтобы далее при титровании пробы раствором хлорида железа его расход составлял 5-10 мл. В раствор прибавляют 1 каплю метилового красного и нейтрализуют аммиаком до желтой окраски, прибавляют 2 капли раствора ослыной кислоты и нагревают до кипения. В горячий раствор приливают 10 мл ацетатного буферного раствора, охлаждают до 60-70°C и титруют избыток комплексона раствором хлорида железа до появления коричневатой с красным оттенком окраски салицилата железа. Если на титрование идет менее 5 мл раствора хлорида железа, определение повторяют (включая и определение железа) из меньшего объема пробы или прибавляют для комплексования алюминия больший объем комплексона Ш.

#### Р а с ч е т

Содержание алюминия (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{(\alpha \cdot M_2 - \beta \cdot M_1) \cdot 26,98 \cdot 1000}{V},$$

где  $\alpha$  - объем раствора комплексона Ш молярности  $M_2$ , введенного в титруемую пробу, мл;

$\beta$  - объем раствора хлорида железа молярности  $M_1$ , израсходованного на титрование избытка комплексона Ш, мл;

26,98 - масса атома алюминия;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

5,0 - 10,0

0,1

10 - 600

1

## Ц И Н К

В шахтных водах содержание цинка колеблется от тысячных долей мг до целых мг/л. Цинк в воде встречается в ионной форме или в виде комплексов с органическими и неорганическими веществами.

Цинк в солоноватых шахтных водах с  $\text{pH} > 6$  определяют фотометрически с дитизоном, метод высокочувствителен. Перед определением цинка необходимо разрушить его комплексные соединения путем кипячения пробы воды с персульфатом аммония в кислой среде.

Пробы собирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, фильтруют и консервируют добавлением 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л воды.

### Ф о т о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е ц и н к а   с   д и т и з о н о м

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на взаимодействии цинка с дитизоном при  $\text{pH} = 4,5-5,5$  с образованием красного комплексного соединения — однозамещенного дитизоната цинка, экстрагируемого четыреххлористым углеродом.

#### Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация цинка 0,001 мг в исследуемом объеме. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 0,005 до 0,05 мг/л цинка составляет 5%, более 0,05 мг/л — 3% ( $n = 15$ ). Продолжительность определения единичной пробы 1,5 ч.

#### М е ш а ю щ и е   в л и я н и я

Определению цинка мешают висмут, кадмий, медь, свинец, ртуть, никель, кобальт, серебро, олово (П). Влияние олова (П) устраняют окислением его персульфатом аммония при кипячении пробы. Все вы перечисленные элементы при  $\text{pH} = 4,5-5,5$  перед экстрагированием цинка связывают в тиосульфатные комплексы. Следует иметь в виду, что цинк также образует с тиосульфатом натрия комплексное соединение, хотя и малоустойчивое. Это приводит к неполному извлечению цинка. Поэтому

построение калибровочного графика и определение надо проводить в совершенно одинаковых условиях в отношении объема пробы, количеств растворов тиосульфата и дитизона, продолжительности экстрагирования.

Должны отсутствовать окислители (хлор, бром, йод, перекиси). Влияние их устраняют кипячением пробы.

Органические комплексы цинка разрушают персульфатом аммония при кипячении пробы, как указано в ходе определения. Избыток персульфата должен быть полностью разрушен, что достигается продолжительным кипячением пробы.

Высокая чувствительность дитизонного метода требует особо чистых реактивов и посуды. Реактивы надо подвергать специальной очистке от следов цинка, посуду следует тщательно промывать разбавленной азотной кислотой, затем раствором дитизона в присутствии ацетатного буферного раствора. Чистоту посуды, особенно делительных воронок, контролируют добавлением небольшого количества разбавленного раствора дитизона. Зеленая окраска последнего не должна изменяться.

#### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 20 мм.
3. Бидистиллят, дважды перегнанная в стеклянном аппарате дистиллированная вода. Бидистиллят проверяют на чистоту раствором дитизона и, если потребуется, дополнительно очищают. Очистку проводят следующим образом: в делительную воронку вместимостью 1 л наливают 700–900 мл бидистиллята, приливают 10 мл 0,005%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде и встряхивают в течение 2 мин. Экстракцию повторяют до тех пор, пока зеленый цвет дитизонного раствора перестанет изменяться. Затем в очищенную воду приливают 10 мл четыреххлористого углерода и встряхивают для очистки воды от следов дитизона. Для приготовления всех растворов реактивов и ополаскивания посуды пользуются этой водой.
4. Четыреххлористый углерод,  $CCl_4$  х.ч., или очищенный перегонкой. Препарат очищают следующим способом. Готовят 1%-ный раствор солянокислого гидроксилamina и нейтрализуют его аммиаком по

феноловому красному. Затем на каждые 100 мл четыреххлористого углерода прибавляют по 10 мл нейтрализованного раствора солянокислого гидроксиламина, жидкость переносят в делительную воронку, взбалтывают и сливают нижний слой органического растворителя. Эту операцию повторяют еще 1-2 раза, и очищенный таким образом реактив перегоняют, поместив перегонную колбу на водяную баню.

Для регенерации использованный в анализе четыреххлористый углерод обрабатывают сначала разбавленным (1:9) раствором аммиака, потом разбавленной (1:20) серной кислотой, каждый раз сливая нижний слой органического растворителя и отбрасывая водный слой. Затем растворитель обрабатывают нейтрализованным раствором солянокислого гидроксиламина и перегоняют. Сильно загрязненный дитизонатами растворитель рекомендуется сначала перегнать, потом подвергнуть очистке и снова перегнать.

5. Д и т и з о н, р а с т в о р в ч е т ы р е х х л о р и с т о м у г л е р о д е .

О ч и с т к а д и т и з о н а

Имеющийся в продаже дитизон обычно загрязнен продуктами его окисления. Для очистки растворяют 1 г дитизона, ч. д. а., в 100 мл хлороформа. Раствор помещают в делительную воронку вместимостью 500 мл, добавляют 10 мл 3%-ного раствора аскорбиновой кислоты и 100 мл разбавленного раствора аммиака (1:100). Встряхивают смесь в воронке в течение 2 мин и оставляют для разделения слоев. Нижний хлороформный слой сливают в другую делительную воронку, следя за тем, чтобы в оранжевом водном аммиачном растворе не осталось капелек хлороформа. Операцию извлечения дитизона свежими порциями аммиачного раствора с аскорбиновой кислотой повторяют до тех пор, пока новые порции водно-аммиачного раствора будут окрашиваться не в интенсивно оранжевый цвет, а в желтый (для этого требуется обычно 5-6 порций аммиачного раствора). Аммиачные экстракты, содержащие дитизон, собирают вместе в делительную воронку вместимостью 1 л и осторожно при перемешивании нейтрализуют соляной кислотой (1:1), пока дитизон не выпадет в виде темных хлопьев, а цвет раствора из оранжевого не перейдет в бледно-зеленый. Полученный дитизон от-

Фильтровывают через бумажный фильтр, 2-3 раза промывают 1%-ным раствором аскорбиновой кислоты и оставляют на воздухе до высушивания. Высушенный продукт имеет мелкокристаллическую структуру и легко отделяется от фильтра. Сухой очищенный дитизон хранят в темноте в бумажке.

**Д и т и з о н, 0,01%-ный р а с т в о р.** Растворяют 50 мг очищенного дитизона в 500 мл четыреххлористого углерода. Сохраняют раствор под слоем 1%-ного раствора серной кислоты в склянке из темного стекла с притертой пробкой, устойчивы при 25°C 8 месяцев.

**Д и т и з о н, 0,005%-ный р а с т в о р.** Разбавляют 0,01%-ный раствор четыреххлористым углеродом в 2 раза. Устойчивы при 25°C 4 месяца.

**6. А з о т н а я к и с л о т а, о с. ч., к о н ц е н т р и р о в а н н а я (пл. I,4).** При отсутствии кислоты ос.ч., перегоняют азотную кислоту х.ч. в стеклянном аппарате, собранном на шлифах. Отбирают фракцию, кипящую при 86°C; первые 100-200 мл отбрасывают. Получают азотную кислоту с пл. I,38.

**7. А м м и а к, о ч и щ е н н ы й.** На дно эксикатора наливают 1 л концентрированного аммиака, ч.д.а., на вкладыш эксикатора ставят выпарительную чашку с 500 мл бидистиллята, эксикатор закрывают и оставляют на двое суток. Крышку эксикатора необходимо придерживать кольцом, закрепленным в штативе. Полученный в чашке аммиак будет иметь концентрацию ~ 17%.

**8. С о л я н а я к и с л о т а, о с. ч., р а з б а в л е н н а я (I : I).** При отсутствии кислоты ос.ч., разбавляют соляную кислоту х.ч. или ч.д.а. (пл. I,19) бидистиллятом в отношении I:I и перегоняют в стеклянном аппарате, собранном на шлифах. Первые 100-200 мл отгона отбрасывают. Концентрация перегнанной кислоты такая же, как в исходном растворе (I:I или 6N).

Очищенную соляную кислоту можно получить путем изотермической дистилляции. Для этого на дно эксикатора наливают соляную кислоту, х.ч., (пл. I,19), а на вкладыш ставят чашку с таким же объемом бидистиллята. Через двое суток устанавливается равновесие и в чашке получается раствор 6N кислоты.

9. Персульфат аммония, перекристаллизованный. Продажный препарат  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , ч.д.а. или х.ч., очищают перекристаллизацией: 700 г соли растворяют в 700 мл бидистиллята, нагретого до 40–45°C. Быстро фильтруют раствор через складчатый фильтр и охлаждают фильтрат в воде со льдом. Кристаллы очищенного персульфата аммония отсасывают на воронке Бюхнера, промывают бидистиллятом и высушивают. Выход реактива 30–40%. Маточный раствор можно еще 2–3 раза использовать для перекристаллизации персульфата аммония.

10. Ацетатный буферный раствор. Готовят два раствора:

А. Растворяют 68 г ацетата натрия  $\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ , ч.д.а., в 250 мл бидистиллята.

Б. Концентрированную уксусную кислоту (пл. 1,05) разбавляют бидистиллятом в отношении 1:7. Смешивают равные объемы растворов А и Б и извлекают ионы тяжелых металлов, экстрагируя 5 мл 0,01%-ного раствора дитизона в четыреххлористом углероде. Экстракцию повторяют с новыми порциями дитизона до тех пор, пока не получится экстракт зеленого цвета. Затем буферный раствор промывают четыреххлористым углеродом порциями по 5 мл.

11. Тиосульфат натрия, 25%-ный раствор. Растворяют 50 г  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ , ч.д.а., в 150 мл бидистиллята. Полученный раствор очищают тем же способом, как и ацетатный буферный раствор.

12. Стандартные растворы цинка.

А. Основной раствор. Растворяют 0,100 г металлического цинка в 5 мл раствора соляной кислоты (1:1) в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят бидистиллятом до метки. 1 мл раствора содержит 0,1 мг цинка.

Б. Рабочий раствор. Разбавляют 10 мл основного раствора бидистиллятом в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,001 мг цинка. Рабочий раствор готовят непосредственно перед употреблением.

Калибровочный график

В тщательно промытые конические колбы на 300 мл наливают по 100 мл бидистиллята, добавляют очищенную азотную кислоту

до  $\text{pH} = 1$  (контроль по универсальной индикаторной бумаге), отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 мл рабочего стандартного раствора цинка. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,0005; 0,001; 0,002; 0,003; 0,005; 0,010 мг цинка. Затем в каждую колбу добавляют по 0,25 г персульфата аммония и кипятят в течение 20 мин. Растворы охлаждают, переносят количественно в делительные воронки вместимостью 250 мл, добавляют аммиак до  $\text{pH} \sim 4$ , по 5 мл ацетатного буферного раствора, перемешивают. Растворы должны иметь  $\text{pH} 4,5-5,5$  (проверяют индикаторной бумагой). Прибавляют по 4 мл раствора тиосульфата, перемешивают и экстрагируют 10 мл 0,005%-ного раствора дитизона в течение 4 мин. После отстаивания органический слой сливают в градуированную пробирку, доводят объем до 20 мл четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на ФЭКе с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540 \text{ нм}$ ) в кюветах с толщиной слоя 20 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор из 10 мл 0,005%-ного дитизона и 10 мл четыреххлористого углерода. Вносят поправку на холостой опыт, проведенный через весь ход анализа и строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация цинка в мг. График проверяют по 2-3 точкам раз в квартал.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Отбирают 100-200 мл отфильтрованной и подкисленной азотной кислотой ( $\text{pH} = 1$ ) пробы воды или меньший ее объем с содержанием 0,001-0,005 мг цинка в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 0,25 г персульфата аммония. Пробу кипятят в течение 20 мин. для разрушения органических соединений, охлаждают, переносят количественно в делительную воронку вместимостью 250 мл, добавляют аммиак до  $\text{pH} \sim 4$ . 5 мл ацетатного буферного раствора и продолжают анализ, как указано при построении калибровочного графика. Одновременно проводят холостой опыт со 100 мл бидистиллята через весь ход анализа. Из величины оптической плотности пробы вычитают оптическую плотность холостого опыта. Концентрацию цинка находят по калибровочному графику.

## Р а с ч е т

Содержание цинка (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C — концентрация цинка, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V — объем исследуемой воды, мл.

### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

0,005–0,050

более 0,05

Округление, мг

0,001

0,01

## М Е Д Ъ

В шахтных водах содержание меди колеблется от тысячных до десятых долей мг/л. Медь может находиться в воде в ионной форме или связанной в комплексы с органическими и неорганическими веществами.

Для определения меди в солоноватых шахтных водах с pH выше 6 рекомендуется фотометрический метод с применением диэтилдитиокарбамата свинца. Определению меди этим методом должно предшествовать разрушение комплексных соединений меди персульфатом аммония в кислой среде.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, фильтруют и консервируют, добавляя 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л пробы.

Ф о т о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е  
м е д и   с   д и э т и л д и т и о к а р б а м а т о м  
с в и н ц а

### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на реакции в кислой среде (pH 1–2) между диэтилдитиокарбаматом свинца и ионами меди, при этом образуется диэтилдитиокарбамат меди желтого цвета, растворимый в четыреххлористом углероде.



## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация меди 0,002 мг в исследуемом объеме. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 0,01 до 0,06 мг/л меди составляет 5%, более 0,06 мг/л - 2% ( $n = 15$ ). Продолжительность определения единичной пробы 1,5 ч.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению меди мешают повышенные концентрации висмута (более 0,03 мг/л). Если содержание висмута выше указанной величины, то рекомендуется взболтать полученный раствор диэтилдитиокарбаматов в органическом растворителе в течение 0,5 мин с 25 мл 5-6 Н раствора соляной кислоты. При этом соединения висмута разрушаются и переходят в водный раствор, а соединения меди остаются в органическом слое.

Ртуть и серебро, которые экстрагируются одновременно с медью, образуют с применяемым реагентом бесцветные соединения и не мешают определению. Селективность метода повышается добавлением в пробу комплексона Ш, что предусмотрено в ходе анализа, и применением экстракции.

Определению также мешают органические соединения. Для разрушения органических комплексов меди пробу воды кипятят с персульфатом аммония в кислой среде.

### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 20 мм.
3. Диэтилдитиокарбамат свинца, раствор в четыреххлористом углероде. Для приготовления карбамата свинца готовят два раствора: навески по 0,1 г ацетата свинца  $Pb(CH_3COO)_2 \cdot 3H_2O$ , х.ч., и диэтилдитиокарбамата натрия растворяют каждую отдельно в 50 мл бидистиллята. Раствор диэтилдитиокарбамата натрия помещают в делительную воронку и встряхивают в течение 2 мин с 10 мл четыреххлористого углерода. После расслоения жидкостей органический слой отбрасывают. Очистку раствора карбамата натрия повторяют дважды. Затем водный раствор фильтруют через бумажный фильтр, предварительно промытый раствором соляной кислоты (1:20) и бидистиллятом. В делительную воронку вместимостью 50 мл переносят раствор

ацетата свинца и раствор диэтилдитиокарбамата натрия, при этом образуется белый осадок диэтилдитиокарбамата свинца. Приливают 250 мл четыреххлористого углерода и встряхивают до растворения осадка, после расслоения жидкостей органическую фазу отфильтровывают через смоченный четыреххлористым углеродом бумажный фильтр в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят до метки четыреххлористым углеродом. Раствор переносят в склянку из темного стекла, реактив может храниться три месяца.

4. Бумажные фильтры, промытые. Пачку фильтров промывают на воронке Бюхнера 500 мл соляной кислоты (1:20) и бидистиллятом до нейтральной реакции промывной воды (контроль по универсальной индикаторной бумаге).

5. Комплексон Ш, 5% - ный водный раствор.

6. Азотная кислота, концентрированная (пл. I,4), ос. ч., или перегнанная (см. с.148).

7. Персульфат аммония  $(NH_4)_2S_2O_8$  перекристаллизованный (см. с.149).

8. Бидистиллят, дважды перегнанная дистиллированная вода (см. с.146).

9. Четыреххлористый углерод  $CCl_4$  х.ч., или перегнанный (см. с.146).

10. Стандартные растворы меди.

а) Основной раствор. Растворяют 0,3928 г сульфата меди  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ , х.ч., в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л, приливают 10 мл серной кислоты (1:1) и доводят объем до метки бидистиллятом. 1 мл раствора содержит 0,1 мг меди.

б) Рабочий раствор. 10 мл основного раствора разбавляют бидистиллятом до 1 л в мерной колбе. 1 мл раствора содержит 0,001 мг меди. Рабочий раствор готовят непосредственно перед употреблением.

Калибровочный график

В конические колбы на 500 мл наливают по 250 мл бидистиллята, добавляют концентрированную азотную кислоту до pH 1-2 (контроль по универсальной индикаторной бумаге), отмеряют

0; 1,0; 3,0; 6,0; 10,0; 20,0 мл рабочего стандартного раствора меди. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,001; 0,003; 0,006; 0,010; 0,020 мг меди. Затем в каждую колбу добавляют по 0,25 г персульфата аммония, приливают по 2 мл раствора комплексона III и кипятят в течение 20 мин. Растворы охлаждают, переносят количественно в делительные воронки вместимостью 500 мл, прибавляют по 5 мл диэтилдитиокарбамата свинца в четыреххлористом углероде, энергично встряхивают в течение 2 мин. После расслаивания фаз органический слой отфильтровывают через сухой фильтр в мерную колбу вместимостью 25 мл. Экстракцию повторяют до бесцветного органического слоя. Все экстракты сливают в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят до метки четыреххлористым углеродом и перемешивают.

Оптическую плотность измеряют на ФЭКе с синим светофильтром ( $\lambda = 440$  нм) в кюветках с толщиной слоя 20 мм, используя в качестве раствора сравнения четыреххлористый углерод. Во избежание испарения четыреххлористого углерода кюветки закрывают стеклами. Величину оптической плотности холостого опыта вычитают из результатов измерений оптической плотности всех растворов и строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность — концентрация меди в мг. График проверяют по 2-3 точкам раз в квартал.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

Отбирают 250 мл отфильтрованной и подкисленной азотной кислотой пробы ( $\text{pH} = 1-2$ ) или меньший объем с содержанием 0,002-0,010 мг меди в коническую колбу вместимостью 500 мл, добавляют 0,25 г персульфата аммония, 2 мл раствора комплексона III. Пробу кипятят в течение 20 мин. для перехода всех форм меди в ионное состояние, охлаждают, переносят количественно в делительную воронку вместимостью 500 мл и продолжают, как указано при построении калибровочного графика. Одновременно проводят холостой опыт через весь ход анализа. Из величины оптической плотности пробы вычитают оптическую плотность холостого опыта. Концентрацию меди находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание меди (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$x = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где С — концентрация меди, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;  
V — объем исследуемой воды, мл.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,010 — 0,060	0,001
более 0,06	0,01

## М А Р Г А Н Е Ц

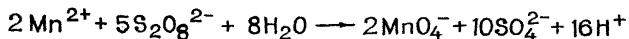
Марганец присутствует в воде обычно в растворенной форме в виде двухвалентных ионов, а в нерастворимой форме — в виде гидроксидов. В шахтных водах марганец содержится от сотых долей мг до нескольких мг/л. Для определения общего содержания всех форм марганца рекомендуется фотометрический метод, в котором марганец (II) окисляют персульфатом до перманганат-иона  $MnO_4^-$ , имеющего устойчивую розово-фиолетовую окраску. Персульфатный метод имеет несколько вариантов, отличающихся в основном способами устранения мешающего влияния хлорид-ионов. В рекомендуемом варианте эти ионы удаляют выпариванием с серной и азотной кислотами. Метод применим для анализа нейтральных и кислых шахтных вод любого состава и минерализации. Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, консервируют 5 мл концентрированной азотной кислоты (пл. 1,40) на 1 л воды.

Ф о т о м е т р и ч е с к о е   о п р е д е л е н и е  
м а р г а н ц а   п о с л е   о к и с л е н и я  
п е р с у л ь ф а т о м   а м м о н и я

П р и н ц и п   м е т о д а

В основе фотометрического метода лежит цветная реакция окисления марганца персульфатом аммония до его высшей

валентности -  $Mn^{7+}$ .



Окисление проводят в азотнокислой среде в присутствии катализатора - нитрата серебра. Концентрация кислот оказывает существенное влияние на скорость развития окраски при нагревании исследуемого раствора после введения окислителя. В приводимой ниже методике определения указаны оптимальные концентрации кислот и других реагентов.

#### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

В условиях прописи метода минимальная определяемая концентрация марганца 0,05 мг/л. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 0,05 до 10 мг/л составляет 5% ( $n = 10$ ). Продолжительность анализа единичной пробы, включая обработку пробы кислотами, 7-8 ч.

#### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Сределению марганца мешают хлориды, органические вещества, железо (Ш). Хлориды и органические вещества предварительно удаляют, выпаривая исследуемую пробу с серной и азотной кислотами как указано в ходе определения. При содержании хлоридов менее 50 мг/л их влияние можно устранить добавлением в пробу сульфата ртути (II), которая образует слабо диссоциирующий комплекс  $HgCl_2$  (22,4 мг  $HgSO_4$  связывает I мг  $Cl^-$ ). Мешающее влияние железа (Ш) исключают добавлением фосфорной кислоты, которая образует с Fe (Ш) бесцветный комплекс.

#### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Фотоэлектроколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Азотная кислота, х. ч., концентрированная (пл. I,40).
4. Серная кислота, х. ч., концентрированная (пл. I,84).
5. Фосфорная кислота, ч. д. а., концентрированная (пл. I,72).
6. Нитрат серебра, 1% - ный раствор. Растворяют I г нитрата серебра  $AgNO_3$ , ч. д. а., в 100 мл бидистиллята.
7. Персульфат аммония, сухой, х. ч.

8. С т а н д а р т н ы е   р а с т в о р ы   м а р г а н -  
ц а .

А. О с н о в н о й   р а с т в о р . Растворяют 0,2749 г сульфата марганца,  $MnSO_4$  , ч.д.а., прокаленного при  $500^{\circ}C$  в течение 1-2 ч, в 10 мл разбавленной (1:4) горячей серной кислоты в мерной колбе вместимостью 1 л и доводят бидистиллятом до метки. 1 мл раствора содержит 0,1 мг марганца.

Б. Р а б о ч и й   р а с т в о р . Готовят разбавлением основного раствора в 10 раз бидистиллятом. 1 мл раствора содержит 0,01 мг марганца. Раствор готовят в день проведения анализа.

К а л и б р о в о ч н ы й   г р а ф и к

В конические колбы вместимостью 100 мл отмеряют 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мл рабочего раствора марганца, добавляют дистиллированную воду ~ до 20 мл, 1 мл азотной кислоты, 5 капель фосфорной кислоты, 1 г персульфата аммония, 1 мл нитрата серебра, быстро нагревают смесь и равномерно кипятят 5 мин. После охлаждения стандартные растворы количественно переносят в мерные колбы вместимостью 25 мл, доводят водой до метки и перемешивают. Холостую пробу с удвоенным количеством внесенных реактивов переносят в мерную колбу на 50 мл. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0; 0,005; 0,010; 0,025; 0,050; 0,100; 0,150; 0,200 мг. Измеряют на ФФКе оптическую плотность растворов в кюветках с толщиной слоя 50 мм с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм). В качестве раствора сравнения используют раствор холостого опыта. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация марганца в мг. График проверяют по 2-3 точкам раз в квартал.

Х о д   о п р е д е л е н и я

100 мл профильтрованной исследуемой воды или меньший ее объем 20-50 мл с содержанием марганца в определяемом объеме 0,005-0,2 мг, упаривают в фарфоровой чашке на водяной бане до ~ 12-15 мл, приливают 1 мл серной кислоты, охлаждают, добавляют 2 мл азотной кислоты и 5 капель фосфорной кислоты. При значительном содержании железа (III) фосфорную кислоту добавляют до обесцвечивания пробы. Смесь выпаривают сначала на водяной бане, а затем на плитке с закрытой спиралью до прекра-

щения выделения густых белых паров  $SO_3$ . Минерализованную пробу охлаждают, разбавляют горячим бидистиллятом и подкисляют 1 мл азотной кислоты. Раствор переносят в коническую колбу на 100 мл (при необходимости раствор фильтруют через фильтр, тщательно промытый бидистиллятом), чашку ополаскивают 2-3 раза бидистиллятом и упаривают до 15 мл. К раствору добавляют 1 г персульфата аммония, 1 мл нитрата серебра и продолжают как описано при построении калибровочного графика. Концентрацию марганца в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

При анализе шахтных вод с содержанием хлоридов менее 50 мг/л ход анализа несколько изменяется. В коническую колбу к 100 мл исследуемой воды или меньшему ее объему приливают 1 мл азотной кислоты, 5 капель фосфорной кислоты, добавляют сульфат ртути в эквивалентном содержании хлорид-ионов количестве (22,4 мг  $HgSO_4$  связывает 1 мг  $Cl^-$ ) и упаривают на плитке ~ до 15 мл. К раствору добавляют 1 мл азотной кислоты, 1 г персульфата аммония, 1 мл нитрата серебра и продолжают, как указано при построении калибровочного графика.

#### Р а с ч е т

Содержание марганца (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация марганца, найденная по калибровочному графику, во взятом для анализа объеме воды, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,05 - 1,00	0,01
1,0 - 10,0	0,1

#### Х Р О М

В шахтных водах содержание хрома колеблется от тысячных до десятых долей мг/л.

В растворе хром может встречаться в виде трехвалентного

катиона или в виде хромат-, бихромат-ионов. Хром (Ш) устойчив, и в обычных условиях нельзя предполагать окисления его до хрома (УІ). В растворенном состоянии хром (Ш) находится только в кислой среде. В нейтральной и щелочной средах он гидролизуется с выделением гидроксида хрома (Ш). Комплексообразующие неорганические и органические вещества, присутствующие в шахтных водах, препятствуют гидролизу. Хром (УІ) может встречаться в нейтральных и щелочных растворах в виде хромат-ионов. Если присутствуют восстановители, то происходит восстановление хрома (УІ) до хрома (Ш).

В шахтных водах с низким содержанием хрома обычно определяют его общее количество. Для всех типов шахтных вод рекомендуется фотометрический метод с применением дифенилкарбазида. Метод является чувствительным, селективным и позволяет определять хром от следов до миллиграммовых и граммовых количеств в присутствии большого числа примесей.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду, фильтруют для отделения взвешенных веществ и консервируют на месте отбора, добавляя по 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л воды.

### Фотометрическое определение хрома с дифенилкарбазидом

#### Принцип метода

Метод основан на взаимодействии хрома (УІ) в кислой среде с дифенилкарбазидом с образованием растворимого фиолетового комплексного соединения.

Окисление хрома (Ш) до хрома (УІ) проводят в кислой среде персульфатом аммония, избыток которого разлагают кипячением (весь персульфат должен быть разрушен, так как даже следы его мешают последующему определению). Кислотность раствора оказывает влияние на интенсивность окраски, поэтому ее следует всегда поддерживать на уровне рН 1-2. Необходимую кислотность раствора создают фосфорной кислотой, которая к тому же комплексует железо и предотвращает выпадение в осадок кальция при его значительном содержании в шахтных водах. Кроме того, фосфаты стабилизируют окраску комплекса хрома (УІ) с дифенилкарбазидом.



## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация хрома 0,01 мг/л.

Если содержание хрома меньше 0,01 мг/л, то пробу необходимо концентрировать упариванием. Относительное стандартное отклонение при концентрациях от 0,01 до 0,1 мг/л хрома составляет 3-7% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 1 ч.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению хрома мешают взвешенные вещества, железо (Ш), образующее с дифенилкарбазидом соединение, окрашивающее раствор в желто-бурый цвет, ванадий, молибден, марганец, хлориды ( $> 2000$  мг/л). Мешающее влияние железа (Ш) устраняют в ходе определения фосфорной кислотой. Ванадий, молибден в шахтных водах содержатся в незначительных концентрациях и поэтому их влиянием можно пренебречь. В присутствии марганца (выше 0,6 мг/л) при окислении персульфатом осаждается диоксид марганца, пробы окрашиваются в желто-коричневый цвет. Для устранения влияния марганца после кипячения с персульфатом к горячему раствору приливают с интервалом 10-15 с по каплям 0,5%-ный раствор азиды натрия до исчезновения окраски, охлажденный раствор переносят в мерную колбу. В случае отсутствия азиды натрия марганец можно связать комплексоном Ш, для чего пробу после кипячения с персульфатом охлаждают до 10-12°C (контроль термометром!!!), добавляют по каплям 0,1N раствор комплексона Ш до исчезновения окраски, перемешивая раствор после каждой капли и выжидая несколько секунд. Общее количество комплексона Ш не должно превышать 0,5 мл. Следует обратить внимание на тщательное охлаждение пробы, так как при повышенной температуре комплексон Ш частично восстанавливает  $Cr(VI)$  до  $Cr(III)$ , за счет чего ошибка определения повышается.

При содержании хлоридов выше 2000 мг/л влияние их устраняют серной кислотой. Во взвешенный для анализа объем пробы добавляют 5 мл серной кислоты (1:1) и упаривают пробу до прекращения выделения густых белых паров  $SO_3$ . Далее в пробу добавляют персульфат, фосфорную кислоту и продолжают как указано в ходе определения. Взвешенные вещества устраняют фильтрованием пробы.

## Приборы и реактивы

1. Фотоэлектродколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Персульфат аммония, 1%-ный раствор. Растворяют 0,5 г,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , ч.д.а., в 50 мл бидистиллята. Раствор применяют свежеприготовленный.
4. Фосфорная кислота, х.ч. или ч.д.а., концентрированная (пл. I, 72).
5. Ацетон, х.ч.
6. Дифенилкарбазид, 0,2%-ный раствор. Растворяют 0,2 г реактива в 100 мл ацетона или этилового спирта-ректификата (при легком нагревании на водяной бане) с добавлением 1 мл  $\text{H}_2\text{SO}_4$  (1:9). Раствор хранят в темноте, окрашенный раствор для употребления непригоден.

### 7. Стандартные растворы хрома.

А. Основной раствор. Растворяют 0,2829 г бихромата калия,  $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ , х.ч., предварительно высушенного при  $140^\circ$ , в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л. Раствор содержит 0,1 мг хрома в 1 мл.

Б. Рабочий раствор с содержанием хрома 0,001 мг/мл готовят разведением основного раствора в 100 раз. Раствор готовят в день определения.

### Калибровочный график

В мерные колбы вместимостью 50 мл отмеряют 0; 0,5; 1,0; 3,0; 5,0; 10,0; 15,0; 20,0 мл рабочего раствора хрома, добавляют 0,5 мл фосфорной кислоты, 1 мл дифенилкарбазида, доводят объем до метки бидистиллятом и перемешивают. Концентрации этих растворов соответственно равны: 0; 0,0005; 0,001; 0,003; 0,005; 0,010; 0,015; 0,020 мг.

Через 15 мин. измеряют оптическую плотность на ФЭКе с зеленым светофильтром ( $\lambda = 540$  нм) в кюветках с толщиной слоя 50 мм, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация хрома в мг. График проверяют по 2-3 точкам раз в квартал.

### Ход определения

В коническую колбу на 100 мл отбирают 50 мл профильтрованной исследуемой воды, если проба была законсервирована ее

нейтрализуют аммиаком по универсальной индикаторной бумаге, добавляют 1 мл персульфата аммония, 0,5 мл фосфорной кислоты, 2-3 кусочка пористого стекла. Горло колбы закрывают воронкой, кипятят 10-15 мин. на плитке с закрытой спиралью, затем снимают с плитки, осторожно воронку и колбу обмывают небольшим количеством бидистиллята и снова продолжают кипятить 10 мин. Охлажденный раствор количественно переносят в мерную колбу на 50 мл, прибавляют 1 мл дифенилкарбазида, доводят объем до метки бидистиллятом и перемешивают. Через 15 мин. измеряют оптическую плотность, используя в качестве раствора сравнения раствор холостого опыта, проведенного через весь ход анализа. Концентрацию хрома в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание хрома (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V} ,$$

где С - концентрация хрома, найденная по калибровочному графику, во взятом для анализа объеме воды, мг;  
V - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,010 - 0,100	0,001
0,10 - 0,20	0,01

### ХИМИКО-СПЕКТРАЛЬНОЕ ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРУППЫ ТЯЖЕЛЫХ МЕТАЛЛОВ В ШАХТНЫХ ВОДАХ

Содержание тяжелых металлов колеблется в зависимости от гидрохимического типа шахтных вод: от тысячных и сотых долей мг/л в пресных водах, до десятых и целых мг/л в кислых и соленоватых шахтных водах. Исключение составляют входящие в группу тяжелых металлов марганец, алюминий и железо, концентрация которых в кислых и соленоватых шахтных водах может достигать соответственно десятков, сотен и тысяч мг/л.

Микроэлементы в шахтных водах находятся в виде истинных и коллоидных растворов,<sup>2</sup> также прочных комплексов с природными органическими соединениями, что значительно (на 70-90%) снижает степень экстракции.

Поэтому предварительно перед выполнением анализа пробу необходимо прокипятить в течение 20 мин. с персульфатом аммония в кислой среде.

Пробы отбирают в полиэтиленовую или стеклянную посуду, фильтруют и консервируют на месте отбора 5 мл концентрированной азотной кислоты на 1 л воды.

Точность спектрального определения микроэлементов зависит от присутствия в исследуемой пробе высокого содержания одного или нескольких элементов. В этом случае определение группы микроэлементов возможно только при устранении мешающего влияния металлов, обнаруженных в высоких концентрациях. Такими предельными концентрациями, которые не вызывают изменение точности определения прочих элементов, являются: для железа 90 мкг, алюминия - 150 мкг, марганца - 30 мкг во взятом для анализа объеме воды. Эти величины могут быть определены с помощью фотометрических методик, приведенных в настоящем "Руководстве".

Разработано два варианта химико-спектрального метода:

- при отсутствии мешающих влияний с использованием хелатов в качестве экстракционных реагентов;
- при наличии мешающих элементов - с помощью диантипирилметана.

О п р е д е л е н и е т я ж е л ы х м е т а л л о в  
п р и о т с у т с т в и и м е ш а ю щ и х  
в л и я н и й

П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на экстракционном концентрировании

As, Ae, Be, Bi, Cd, Co, Cu, Fe, Ga, Mn, Mo, Ni, Pb, Tl, Zn  
из ацетатной буферной среды (pH = 5) и Sb, Te при pH 8  
с помощью 8-оксигинолина, диэтилдитиокарбамата натрия, ацетилацетона в четыреххлористый углерод с последующим спектральным окончанием.

## Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация составляет для Ag, Be - 0,05 мкг; Ni, Co, Cu, Mn,  $\text{Ca}$ , Fe, Mo, Al - 0,5 мкг; Bi, Fe, Pb, Cd - 2,5 мкг; Zn, Se, Sb - 15 мкг во взятом для анализа объеме пробы. Относительное стандартное отклонение при концентрациях микроэлементов от 1 до 80 мкг не превышает 20% ( $n = 10$ ).

Продолжительность анализа серии из 5 проб 16 ч.

П р и б о р ы , о б о р у д о в а н и е , р е а к т и в ы .

1. С п е к т р о г р а ф к в а р ц е в ы й ИСП-28 (ИСП-30).

2. Д у г о в о й г е н е р а т о р ДГ-2.

3. С п е к т р о п р о е к т о р ПС-18.

4. м и к р о ф о т о м е т р МФ-2.

5. Л а м п а д л я с у ш к и , 500 вт.

6. М у ф е л ь н а я п е ч ь с т е р м о р е г у л я т о р о м .

7. А г а т о в а я с т у п к а ,  $d = 10-12$  см.

8. К в а р ц е в а я ч а ш к а ,  $d = 5-6$  см.

9. Т и г л и к в а р ц е в ы е и л и с т е к л я н н ы е ( " п и р е к с " ) .

10. Щ и п ц ы т и г е л ь н ы е с п л а т и н о в ы м и н а к о н е ч н и к а м и .

11. У г о л ь н ы е э л е к т р о д ы , о с . ч . 7 - 3 , д и а м е т р 6 м м .

12. Г р а ф и т о в ы й п о р о ш о к , о с . ч . 7-4.

13. П л а с т и н к и с п е к т р а л ь н ы е , т и п ЭС.

14. К и с л о т а а з о т н а я , о с . ч .

15. К и с л о т а с о л я н а я , о с . ч .

16. А м м и а к , о с . ч .

17. П е р с у л ь ф а т а м м о н и я , х . ч . , с у х о й .

18. А ц е т а т н ы й б у ф е р н ы й р а с т в о р ,  $pH = 5$ . В мерную колбу вместимостью 2 л наливает 480 мл ледяной уксусной кислоты и 545 мл 25%-ного раствора аммиака, разбавляют ~ до 1,8-1,9 л дистиллированной водой. Добавлением уксусной кислоты или аммиака устанавливает  $pH=5$  (контроль по индикаторной бумаге бромкрезоловой зеленой) и доводят объем до метки дистиллированной водой. Очистку ацетатного буферного

раствора проводят 8-оксихинолином в четыреххлористом углероде и раствором диэтилдитиокарбамата натрия до тех пор, пока очередная порция растворителя не останется бесцветной.

19. 8 - о к с и х и н о л и н, 0,1% - н ы й р а с т в о р в четыреххлористом углероде. Растворяют 500 мг 8-оксихинолина в 500 мл растворителя.

20. Ч е т ы р е х х л о р и с т ы й у г л е р о д, х.ч. Очищают перегонкой с дефлегматором при температуре 76,5°C, используя водяную баню. Примеси до перегонки удаляют экстракцией с 6N раствором соляной кислоты.

21. У к с у с н а я к и с л о т а, л е д я н а я, х.ч.

22. Д и э т и л д и т и о к а р б а м а т н а т р и я (Д Д Т К), 5% - н ы й р а с т в о р. Растворяют 5 г реактива в 95 мл бидистиллята. Очищают экстракцией четыреххлористым углеродом порциями по 10 мл, после чего фильтруют через смоченный бидистиллятом бумажный фильтр. Раствор готовят перед употреблением.

23. А ц е т и л а ц е т о н, ч.д.а.

24. С у л ь ф а т к а л и я, ос.ч., сухой.

25. С у л ь ф а т ц е р и я. Растворяют 4,31 г  $\text{Ce}(\text{SO}_4)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 50 мл, подкисляют 10 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 30 мг церия.

26. Н и т р а т с т р о н ц и я. Растворяют 4,85 г  $\text{Sr}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 50 мл, доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 30 мг стронция.

27. С т а н д а р т н ы е р а с т в о р ы д л я п р и г о т о в л е н и я э т а л о н о в. Растворы готовят из препаратов марки ос.ч. или х.ч.:

- х л о р и д к о б а л ь т а. Растворяют 3,23 г  $\text{CoSe}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг кобальта;

- с у л ь ф а т м е д и. Растворяют 3,14 г  $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг меди;

- м о л и б д а т а м м о н и я. Растворяют 1,47 г  $(\text{NH}_4)_6 \text{Mo}_7\text{O}_{24} \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью

200 мл и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг молибдена;

- н и т р а т с е р е б р а. Растворяют 1,26 г  $\text{AgNO}_3$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг серебра;

- х л о р и д н и к е л я. Растворяют 3,24 г  $\text{NiCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг никеля;

- с о л ь М о р а. Растворяют 11,2 г соли Мора в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 10 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 8 мг железа;

- н и т р а т с в и н ц а. Растворяют 5,12 г  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 10 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 16 мг свинца;

- х л о р и д м а р г а н ц а. Растворяют 2,88 г  $\text{MnCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг марганца;

- н и т р а т в и с м у т а. Растворяют 3,71 г  $\text{Bi}(\text{NO}_3)_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 20 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 8 мг висмута;

- а л ю м о к а л и е в ы е к в а с ц ы. Растворяют 14,1 г  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 5 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг алюминия;

- о к с и д г а л л и я. Растворяют 1,07 г  $\text{Ga}_2\text{O}_3$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 10 мл концентрированной соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг галлия;

- с у л ь ф а т к а д м и я. Растворяют 3,65 г  $\cdot 8/3 \text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 1 мл 6N раствора соляной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 8 мг кадмия;

- н и т р а т т а л л и я. Растворяют 1,04 г  $\text{TeNO}_3$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл подкисляют 5 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг таллия;

- н и т р а т б е р и л л и я. Растворяют 9,01 г  $\text{Be}(\text{NO}_3)_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл, подкисляют 100 мл азотной кислоты и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг бериллия. Для приготовления рабочего раствора бериллия в мерную колбу вместимостью 100 мл приливают 10 мл азотной кислоты, 1 мл стандартного раствора бериллия и доводят объем до метки. 1 мл рабочего раствора содержит 40 мкг бериллия.

28. Д и о к с и д т е л л у р а.  $\text{TeO}_2$ , х.ч., сухой.

29. П и р о с у р ь м я н о к и с л ы й к а л и й,  
 $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., сухой.

30. С у л ь ф а т ц и н к а,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., сухой.

31. М е т о л г и д р о х и н о н о в ы й п р о я в и -  
т е л ь. Первый раствор. Готовят растворением в указанной последовательности 8 г метола, 8 г гидрохинона, 80 г сульфата натрия безводного в 1 л дистиллированной воды. Второй раствор. Готовят растворением 80 г карбоната натрия безводного, 2 г бромида калия в 1 л дистиллированной воды. Перед употреблением сливают равные объемы первого и второго раствора и разбавляют водой в два раза.

32. З а к р е п и т е л ь. Готовят растворением 400 г тиосульфата натрия, 20 г сульфита натрия безводного, 5 мл ледяной уксусной кислоты в 1 л дистиллированной воды.

П р и г о т о в л е н и е с п е к т р о г р а ф и -  
ч е с к о й о с н о в ы

Отвешивают 10 г графитового порошка и 5 г сульфата калия в агатовую (яшмовую или органического стекла) ступку и тщательно перемешивают 5 мин. Далее массу переносят в кварцевую чашку и приливают по каплям 1 мл раствора сернокислого церия (чтобы раствор не попал на стенки чашки), 2-3 капли глицерина и ставят чашку под лампу для удаления влаги.

Таким же образом добавляют 1 мл раствора нитрата стронция и снова удаляют влагу под помпой, после чего чашку с основой выдерживают в муфеле при температуре  $350^\circ\text{C}$  20 мин. После



остывания содержимое чашки переносят в агатовую ступку и тщательно перемешивают в течение часа. Чистоту основы проверяют спектрографически, для чего канал нижнего угольного электрода заполняют основой и фотографируют спектр. Присутствие в основе определяемых элементов недопустимо.

#### Приготовление эталонов

Для приготовления эталонов из основных стандартных растворов готовят 2 рабочих раствора. Первый рабочий раствор содержит Ni, Co, Cu, Mo, Al, Mn, Fe, Ga - по 200 мкг/мл, Se, Cd - по 400 мкг/мл; второй рабочий раствор содержит Ag - 200 мкг/мл; Bi - 400 мкг/мл; Pb - 800 мкг/мл. Для приготовления раствора в мерную колбу на 100 мл вливают 5 мл соляной кислоты, по 5 мл основных стандартных растворов перечисленных элементов и доводят бидистиллятом до метки. Для приготовления второго раствора в мерную колбу на 100 мл приливают 5 мл азотной кислоты и по 5 мл основных стандартных растворов перечисленных элементов, доводя бидистиллятом до метки.

Для приготовления первого эталона отвешивают в кварцевую чашку 3,2 г основы и приливают по каплям 2 мл первого рабочего раствора, сушат под лампой, затем 2 мл второго рабочего раствора, снова сушат под лампой, 0,4 мл рабочего стандартного раствора бериллия. Сушат под лампой, а затем в муфеле при температуре 350°C в течение 20 мин. Полученную массу переносят из чашки в агатовую ступку, в которую предварительно помещают навески солей сурьмы, цинка и диоксида теллура (4,0 мг  $\text{TeO}_2$ ; 14,1 мг  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ ; 6,7 мг  $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ) растирают и тщательно перемешивают содержимое в течение часа.

Второй и последующие два эталона готовят при разбавлении первого, второго и третьего эталонов спектрографической основой вдвое, перемешивая каждый эталон в течение часа.

Содержание элементов в приготовленных эталонах приведено в табл. 5.

Проверку правильности приготовления эталонов выполняют путем фотографирования их спектров. Для каждого элемента по средним из двух величин строят калибровочный график в координатах  $\Delta S - \delta \rho C$ , где  $\Delta S$  - разность почернений спектральной линии определяемого элемента и элемента сравнения,

Таблица № 5

Содержание элементов в эталонах (мкг на 80 мг основы)

Элемент	1 эталон	2 эталон	3 эталон	4 эталон
Ni, Co, Cu, Mo, Al, Mn.	10	5	2,5	1,25
Pb, Zn, Ag				
Fe, Cd, Bi	20	10	5,0	2,5
Pb	40	20	10	5
Zn, Te, Sb	80	40	20	10
Be	0,4	0,2	0,1	0,05

C — концентрация элемента в эталоне. В правильно приготовленных эталонах все 4 точки графика по каждому элементу находятся на прямой.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

К 500 мл законсервированной шахтной воды добавляют 0,5 г персульфата аммония и кипятят в течение 20 мин. Если проба не была профильтрована и законсервирована, ее взбалтывают, добавляют 5 мл азотной кислоты, фильтруют, вносят 0,5 г персульфата, кипятят. Охлажденную пробу переносят в делительную воронку вместимостью 1 л, приливают 15 мл буферного раствора, добавлением аммиака или азотной кислоты устанавливают pH 5 по бромкрезоловой зеленой бумаге, вносят 15 мл раствора 8-оксихинолина, 1 мл ацетилацетона и 5 мл раствора диэтилдитиокарбамата натрия. Делительную воронку энергично встряхивают в течение 2 мин., дают жидкости расслоиться, нижний органический слой фильтруют в перегонную колбу через небольшой беззольный фильтр (красная лента). Экстракцию повторяют до тех пор, пока органический слой не перестанет окрашиваться, прибавляя по 10 мл раствора 8-оксихинолина и по 2 мл раствора карбамата.

Аммиаком доводят pH раствора до 8 и снова проводят исчерпывающую экстракцию с растворами 8-оксихинолина и карбамата. Объединенные экстракты в перегонной колбе помещают на водяную баню и отгоняют растворитель. Оставшийся концентрат переносят количественно в стеклянный тигель, в который предварительно отвешивают 80 мг спектрографической основы.

Окончательное удаление четыреххлористого углерода проводят под лампой, затем в муфельной печи при 350° проводят озоление органики в течение 20 мин. Из тиглей полученный концентрат помещают в канал угольного электрода (диаметр кратера 2 мм, глубина - 7 мм) и сжигают в дуге переменного тока при следующих условиях: сила тока - 14 а, расстояние между электродами - 3 мм, промежуточная диафрагма - 1,2 мм, ширина щели - 0,008 мм, экспозиция 90 с. Пластины спектральные типа ЭС-Ю, проявитель и условия проявления стандартные. На одной фотопластинке фотографируют спектры эталонов и проб дважды.

Определение микроэлементов производят по методу 3-х эталонов. На микрофотометре фотометрируют аналитические линии определяемых элементов и элементов сравнения, указанные в табл.6. Почернения  $Te$ ,  $Be$ ,  $Sb$ ,  $Cd$  замеряют относительно фона.

Для каждого элемента по средним значениям строят калибровочный график в координатах  $\Delta S - \epsilon g C$ , где  $C$  - концентрация определяемого элемента в эталонах, мкг, а  $\Delta S$  - соответствующая ей разность почернений. Содержание элементов в пробе находят по калибровочному графику, зная разность почернений определяемого элемента относительно внутреннего стандарта или фона.

#### Р а с ч е т

Содержание элементов ( $X$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C}{V},$$

где  $C$  - концентрация элемента в пробе, найденная по калибровочному графику, мкг;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л		Округление, мг
Be	0,0001-0,001	0,0001
Ag, Al, Co, Cu	0,001-0,03	0,001
Zn, Mn, Mo, Ni, Fe		

Таблица № 6

Аналитические линии определяемых элементов  
и элементов сравнения

Элемент	Длина волны элемента, нм	Длина волны Се, нм	Длина волны Ст, нм
I	2	3	4
Ni	341,4		
Co	341,2		
Ag	338,2	324,3	
Zn	330,2		
Cu	327,4		
Mo	317,0	320,1	
Al	308,2	306,3	
Bi	306,7		
Fe	302,0		
Ca	287,4		
Pb	283,3		
Mn	279,8		293,1
Te	276,7		
Te	238,5		
Be	234,8	-	-
Sb	231,5		
Cd	228,8		

Bi, Fe, Cd, Pb	0,003-0,04	0,001
Sb, Te, Zn	0,010-0,1	0,01

**О п р е д е л е н и е т я ж е л ы х м е т а л л о в  
в п р и с у т с т в и и м е ш а ю щ и х э л е -  
м е н т о в**

### **П р и н ц и п м е т о д а**

Определение группы тяжелых металлов в присутствии мешающих элементов (Fe, Al, Mn) основано на концентрировании и извлечении микроэлементов дихлорэтаном в виде ионных ассоциатов их роданидных комплексных анионов с однозарядным катионом диантипирилметана - ДАМН<sup>+</sup>, который образуется в кислой среде, и последующем спектрографическом окончании анализа.

Из роданидной системы диантипирилметан извлекает 18-20 элементов, в том числе Fe(III), Co, Cu(I), Sn, Zn, Mo, V, W, Cd, U, Sb, Bi

Реагент не образует экстрагируемых комплексов с Fe (II), Cr (III), Mn, Al, Ni, щелочными и щелочно-земельными металлами.

### **Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а**

Минимальная определяемая концентрация для Co, Cu, V.

Mo, U - 1 мкг; Sn, Bi, Cd - 2,5 мкг; Zn, Sb, W - 10 мкг

в исследуемом объеме пробы.

Относительное стандартное отклонение при концентрациях микроэлементов от 1 до 80 мкг не превышает 20% (n = 10). Продолжительность анализа серии из 5 проб составляет 10-12 часов.

### **М е ш а ю щ и е в л и я н и я**

Определению не мешают Al, Mn, Ni, Cr, щелочные и щелочноземельные металлы. Мешающее действие Fe (III) в концентрации до 1 мг устраняется в восстановительной среде, для чего экстракцию проводят в присутствии 0,5 г аскорбиновой кислоты.

Приборы, оборудование, материалы, см. с. 164.

### **Р е а к т и в ы**

1. К и с л о т а а з о т н а я, о с . ч .

2. Кислота соляная, ос.ч.
3. Кислота серная, х.ч.
4. Персульфат аммония, х.ч., сухой.
5. Сульфат калия, ос.ч., сухой.
6. Хлорид никеля, х.ч., сухой.

7. Дихлорэтан. Перегоняют дихлорэтан в стеклянном аппарате на шлифах, отбирают фракцию при  $83,5^{\circ}\text{C}$ .

8. Диантипиририметан, 2%-ный раствор в дихлорэтане. Растворяют 4 г реактива в дихлорэтане в мензурке вместимостью 200 мл, доводят объем до 200 мл.

9. Роданид аммония, 50%-ный раствор. Растворяют 100 г  $\text{NH}_4\text{NCS}$ , ч.д.а., в 100 мл бидистиллята, очищают экстракцией дихлорэтаном в присутствии 0,1 г диантипиририметана, затем промывают дихлорэтаном.

10. Аскорбиновая кислота, х.ч., сухая.

II. Стандартные растворы для приготовления эталонов. Растворы готовят из препаратов марки ос.ч. или х.ч.:

- хлорид кобальта (см. с.165);
- сульфат меди (см. с.165);
- сульфат кадмия (см. с.167);

- ванадат натрия - растворяют 3,04 г  $\text{NaVO}_3 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$  в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл и доводят объем до метки. 1 мл раствора содержит 4 мг ванадия;

- хлорид олова. Растворяют 3,04 г  $\text{SnCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  в 150 мл концентрированной соляной кислоты в мерной колбе вместимостью 200 мл и доводят объем до метки соляной кислотой. 1 мл раствора содержит 8 мг олова;

- молибдат аммония (см. с.166);
- оксид галлия (см. с.166);
- нитрат висмута (см. с.166).

Рабочий раствор висмута готовят отдельно путем разбавления основного раствора, для чего в мерную колбу вместимостью 100 мл вливают 5 мл азотной кислоты, 5 мл основного раствора висмута и доводят бидистиллятом до метки. 1 мл рабочего раствора содержит 0,4 мг висмута.

12. Вольфрамат натрия,  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., сухой.

13. Пиросурьмянокислый калий,  $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., сухой.

14. Сульфат цинка,  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , х.ч., сухой.

### Приготовление спектрографической основы

Отвешивают 10 г графитового порошка, 5 г сульфата калия и 0,0303 г хлорида никеля, помещают их в агатовую (яшмовую, из оргстекла) ступку и тщательно перемешивают в течение часа. Чистоту основы проверяют спектрографическим методом, для чего канал нижнего угольного электрода заполняют основой и фотграфируют спектр. Присутствие в основе определяемых элементов недопустимо.

### Приготовление эталонов

Для приготовления эталонов из основных стандартных растворов готовят первый рабочий раствор, содержащий элементы: Co, Cu, Mo, V, Уа по 0,2 мг/мл, Cd, Sn по 0,4 мг/мл. Для этого в мерную колбу на 100 мл вливают 5 мл соляной кислоты, по 5 мл основных растворов перечисленных элементов и доводят бидистиллятом до метки.

Для приготовления первого эталона отвешивают в кварцевую чашку 3,2 г основы и приливают по каплям 2 мл первого рабочего раствора. Основу сушат под лампой, после чего приливают 2 мл рабочего раствора висмута, снова сушат под лампой, а затем в муфельной печи при  $350^\circ\text{C}$  в течение 20 мин. Полученную массу из чашки переносят в агатовую ступку, в которую предварительно помещают навески солей вольфрама, сурьмы и цинка (5,7 мг  $\text{Na}_2\text{WO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ; 14,1 мг  $\text{ZnSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ , 6,7 мг  $\text{K}_2\text{H}_2\text{Sb}_2\text{O}_7 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ ), растирают и тщательно перемешивают содержимое не менее часа.

Второй и последующие два эталона готовят при разбавлении первого, второго и третьего эталонов спектрографической основой вдвое, перемешивая каждую порцию не менее часа.

Содержание элементов в полученных эталонах приведено в табл. 7.

Таблица 7

Содержание элементов в эталонах, в микрограммах  
на 80 мг основы

Элемент	1 эталон	2 эталон	3 эталон	4 эталон
Cu	10	5	2,5	1,25
V	10	5	2,5	1,25
Mo	10	5	2,5	1,25
Co	10	5	2,5	1,25
Уа	10	5	2,5	1,25
W	80	40	20	10
Zn	80	40	20	10
Sn	20	10	5	2,5
Cd	20	10	5	2,5
Bi	20	10	5	2,5
Sb	80	40	20	10

Проверку правильности приготовления эталонов выполняют путем фотографирования их спектров. Для каждого элемента по средним из двух величин строят калибровочный график в координатах  $\Delta S - \lg C$ , где  $\Delta S$  — разность почернений спектральной линии определяемого элемента и элемента сравнения,  $C$  — концентрация элемента в эталоне. В правильно приготовленных эталонах 4 точки графика по каждому элементу находятся на прямой.

#### Х с д о п р е д е л е н и я

К 500 мл (или меньшему объему с содержанием железа до 1 мг) законсервированной шахтной воды добавляют 0,5 г персульфата аммония и кипятят в конической колбе термостойкого стекла в течение 20 мин для разрушения коллоидов и органических веществ, а затем упаривают до объема приблизительно 30 мл. Если проба не была профильтрована и законсервирована, добавляют 5 мл концентрированной азотной кислоты, фильтруют, вносят 0,5 г персульфата аммония, кипятят и упаривают.

После охлаждения пробу количественно переносят в делительную воронку, вводят 2,8 мл серной кислоты, 5 мл роданида аммония и 0,5 г аскорбиновой кислоты (для восстановления меди



и железа). Приливают 20 мл раствора диситипиридиметана. Встряхивают в течение 15 мин., дают слоям отстояться и органический слой фильтруют через небольшой бумажный фильтр в тигель, в который предварительно отвешивают 80 мг спектрографической основы. Повторяют экстракцию с новой порцией реагента (10 мл), переносят органическую фазу в тот же тигель. Водный слой промывают дважды дихлорэтаном, присоединяя обе порции растворителя к экстракту. Помещают тигель под лампой, испаряют растворитель, затем приливают 2 мл концентрированной серной кислоты, нагревают на плитке до прекращения выделения паров  $SO_3$ . Тигель прокалывают в муфеле при температуре  $500^{\circ}C$  в течение 20 мин. Содержимое тигля тщательно перемешивают оплавленной стеклянной палочкой  $\sim 5$  мин., помещают в каналы двух электродов (диаметр кратера 2 мм, глубина 7 мм, верхний электрод заточен на усеченный конус) и сжигают в дуге переменного тока при следующих условиях: сила тока 14 а, расстояние между электродами - 3 мм, промежуточная диафрагма - 1,2 мм, ширина щели - 0,008 мм, экспозиция 90 с., пластинки спектральные типа ЭС-10. На одной фотопластичке фотографируют спектры эталонов и проб дважды. Условия обработки фотопластинок стандартные: проявитель метолгидрохиноновый, время проявления 4 мин., выдержка в закрепителе - 5-10 мин. На микрофотометре фотометрируют аналитические линии определяемых элементов и элемента сравнения, указанные в табл.8.

Определение содержания микроэлементов выполняют методом 3-х эталонов.

Измеряют почернения линий определяемых элементов ( $S$  опр.) в эталонах и пробах и элемента сравнения ( $S$  ср.); для каждого элемента по средним значениям строят калибровочный график в координатах  $\Delta S - \lg C$ , где  $C$  - концентрация определяемого элемента в эталонах, в мкг, а  $\Delta S$  - соответствующая ей разность почернений. Содержимое элементов в пробе находят по калибровочному графику, зная разность почернений определяемого элемента относительно внутреннего стандарта.

Р а с ч е т

Содержание элементов ( $X$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

Таблица 8

Аналитические линии определяемых элементов  
и элемента сравнения

Элемент	Длина волны элемента, нм	Длина волны никеля, нм
Co	341,2	324,3
Zn	330,2	
Cu	327,4	
V	318,5	313,4
Sn	317,5	
Mo	317,0	
Bi	306,7	
Уа	287,4	298,1
W	294,7	
Cd	228,8	231,1
Sb	231,5	

$$x = \frac{C}{V},$$

где C - концентрация элемента в пробе, найденная по калибровочному графику, мкг;

V - объем исследуемой воды, мл.

О круг л е н и е      р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л		Округление, мг
Co, Cu, V, Mo, Уа	0,001-0,03	0,001
Sn, Bi, Cd	0,003-0,020	0,001
Zn, Sb, W	0,010-0,1	0,01

## МИНЕРАЛИЗАЦИЯ (СОЛЕСОДЕРЖАНИЕ)

Минерализация воды – это сумма всех найденных при химическом анализе воды минеральных веществ, выраженная в мг/л.

Величина минерализации находится расчетным путем 2 способами:

- по сумме катионов и анионов в мг/л;
- по сумме сухого остатка и половинного количества гидрокарбонат-ионов в мг/л.

Для нахождения величины минерализации по первому способу необходимо определение всех катионов и анионов, включая и такие, как калий, натрий, железо, фосфаты, бромиды, нитраты и другие компоненты, содержание которых превышает 0,1 мг/л.

Второй способ более прост, но менее точен, так как в сухой остаток входят и органические примеси, не улетучивающиеся при температуре высушивания остатка. При расчете минерализации к величине сухого остатка следует прибавлять половину найденного по щелочности количества гидрокарбонат-ионов, так как в процессе выпаривания воды досуха они разлагаются по уравнению  $2\text{HCO}_3^- \rightarrow \text{CO}_3^{2-} + \text{CO}_2 \uparrow + \text{H}_2\text{O} \uparrow$  и в виде  $\text{CO}_2$  и паров воды теряются (0,5 весового количества гидрокарбонат-ионов).

## НЕФТЕПРОДУКТЫ

Под термином "нефтепродукты" следует понимать содержание в воде неполярных и малополярных соединений, главным образом углеводородов (алифатические, ароматические, алициклические углеводороды), являющихся основной составной частью нефти и продуктов ее переработки.

Нефтепродукты присутствуют практически во всех шахтных и карьерных водах в количестве от десятых долей до десятков мг/л.

Для определения содержания нефтепродуктов в шахтных водах рекомендуются:

- метод колоночной хроматографии с весовым окончанием;
- метод колоночной хроматографии с весовым окончанием при прямой экстракции гексаном;

- метод колоночной хроматографии с фотометрическим окончанием.

Названные методы применимы для анализа всех типов шахтных вод.

Пробы отбирают в стеклянные банки или бутылки с притертыми пробками. Если определение нефтепродуктов в день отбора невозможно, то пробы консервируют 2-4 мл экстрагента на 1 л воды. Законсервированные пробы могут храниться в течение 2 недель. Так как нефтепродукты могут сорбироваться на твердых частицах взвеси и стенках сосуда, пробы не фильтруют и анализируют полностью, ополаскивая стенки сосуда растворителем, который затем используют для экстракции.

Объем пробы для определения нефтепродуктов зависит от их концентрации в воде.

Предполагаемое содержание нефтепродуктов, мг/л

< 1	1-5	5-10	> 10
-----	-----	------	------

Объем пробы, необходимый для анализа, л

4	2-1	1-0,5	0,25
---	-----	-------	------

При определении нефтепродуктов методом колоночной хроматографии с фотометрическим окончанием необходим 1 л пробы.

О п р е д е л е н и е   н е ф т е п р о д у к т о в  
м е т о д о м   к о л о н о ч н о й   х р о м а т о -  
г р а ф и и   с   в е с о в ы м   о к о н ч а н и е м

П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на хроматографическом отделении извлеченных органическим растворителем нефтепродуктов от полярных соединений окисью алюминия и последующем их взвешивании.

Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 0,3 мг/л нефтепродуктов. Минимальная измеряемая концентрация 1 мг нефтепродуктов в объеме пробы. Относительное стандартное отклонение при концентрациях 0,3-1 мг/л составляет 10%, 2-5 мг-л - 5%, 5-10 мг/л - 15% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы без учета времени на испарение растворителей  $\sim 3$  ч.

## М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению мешают органические вещества других классов, их устранение предусмотрено в ходе анализа.

### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. В е с ы а н а л и т и ч е с к и е .

2. В е н г и л и т о р к о м н а т н ы й .

3. К о л о н к а с о к и с ь ю а л ь м и н и я .

Колонка представляет собой стеклянную трубку длиной 10 см и диаметром 1 см с нижним концом оттянутым до диаметра 1 мм. В трубку помещают стеклянную вату слоем в 1 см, затем 2-3 см слоя окиси алюминия (~ 1 г) и снова стеклянную вату слоем в 1 см. В качестве колонки можно использовать обычную пипетку, градуированную на 10 мл. Слой окиси алюминия в 2-3 см достаточно для поглощения 50-100 мг полярных соединений. Окись алюминия в колонке меняют после каждой пробы. Использованную окись алюминия можно регенерировать: ее промывают четыреххлористым углеродом или хлороформом, после испарения которых прокалывают при 300-400°C в течение 4 ч.

4. Б ы к с ы в м е с т и м о с т ь в 15 - 20 м л .

5. Ч е т ы р е х х л о р и с т ы й у г л е р о д , х . ч . , или х л о р о ф о р м , х . ч .

6. Г е к с а н , х . ч . , или п е т р о л е й н ы й э ф и р . Вес остатка после выпаривания 100 мл каждого растворителя не должен превышать 0,2-0,3 мг. Если остаток больше, то растворитель перегоняют.

7. С у л ь ф а т н а т р и я , б е з в о д н ы й , х . ч .  
Реактив для повышения его влагоемкости высушивают при 100-105°C 6 ч.

8. Х л о р и д н а т р и я , х . ч .

9. О к и с ь а л ь м и н и я , " д л я х р о м а т о - г р а ф и и " .

10. К и с л о т а с о л я н а я , к о н ц е н т р и р о - в а н н а я (пл. I, 19), х . ч .

### Х о д о п р е д е л е н и я

Отобранный объем шахтной воды полностью или частями переносят в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3-4, прибавляют для лучшего разделения фаз хлорид натрия из расчета 10 г на 1 л пробы. Экстракцию проводят 20 и 10 мл

четырехлористого углерода или хлороформа в течение 5 мин., (склянку, в которой находилась проба, ополаскивают растворителем, который используют для экстракции). После расслоения фаз экстракт сливают вместе с эмульсией, образующейся на границе раздела фаз, в колбочку\*. Если проба с большим содержанием нефтепродуктов (две первые порции экстракта сильно окрашены), то извлечение повторяют до тех пор, пока растворитель не будет бесцветным. Экстракт высушивают сульфатом натрия, который прибавляют в количестве, необходимом для полного поглощения влаги (новые порции сульфата натрия перестают "спекаться", а экстракт становится прозрачным). Обезвоженный экстракт сливают, не допуская попадания сульфата натрия в биксу, наполнив ее на 3/4 объема. Биксу помещают в вытяжной шкаф на расстоянии 50-60 см от вентилятора и испаряют растворитель (если экстракта получено более 30 мл, что имеет место при анализе 4 л пробы, то целесообразно растворитель отогнать на водяной бане до объема 10-15 мл при 65°C в случае использования хлороформа и 71,6°C - четырехлористого углерода). По мере испарения растворителя экстракт добавляют в биксу, колбочку с сульфатом натрия промывают двумя порциями (~ по 3 мл) растворителя, который переносят в ту же биксу. Растворитель испаряют до объема экстракта ~ 0,5 мл, после чего испарение продолжают без вентилятора. Остаток в биксе растворяют в 5 мл гексана. Полученный раствор осторожно, избегая потерь, пропускают через колонку с окисью алюминия, собирая элюат во взвешенную биксу. Уровень жидкости в колонке не должен опускаться ниже верхней границы слоя окиси алюминия. Биксу, в которой находился гексановый раствор нефтепродуктов и, соответственно, колонку промывают тремя порциями гексана по 5 мл. Гексан из элюата испаряют под вентилятором до ~ 0,5 мл. После полного испарения гексана (отсутствие запаха) биксу взвешивают на аналитических весах через каждые 2 мин. до постоянной массы.

Ж В случае образования на границе фаз стойкой эмульсии, ее разрушают добавлением в воронку небольшого количества насыщенного раствора хлорида магния.

## Р а с ч е т

Содержание нефтепродуктов (X) в мг/л рассчитывают

по формуле 
$$X = \frac{(m_1 - m_2) \cdot 1000}{V},$$

где  $m_1$  - масса биксы с нефтепродуктами после испарения гексана, мг;

$m_2$  - масса пустой биксы, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,3 - 5,0	0,1
> 5	1

О п р е д е л е н и е   н е ф т е п р о д у к т о в  
м е т о д о м   к о л о н о ч н о й   х р о м а т о -  
г р а ф ф и   с   в е с о в ы м   о к о н ч а н и е м  
п р и   п р я м о й   э к с т р а к ц и и   г е к с а н о м

Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация - 0,3 мг/л. Минимальная измеряемая концентрация 1 мг в объеме пробы. Относительное стандартное отклонение при концентрациях 0,3-1 мг/л составляет 12%, 1-5 мг/л - 5% (n = 10). Продолжительность определения единичной пробы без учета расхода времени на сумку экстракта, отгонку и испарение растворителя ~ 2,5 ч.

М е ш а щ и е   в л и я н и я,   с м.   с.   180

П р и б о р ы   и   р е а к т и в ы,   с м.   с. 180 .

Х о д   о п р е д е л е н и я

Отобранный объем шахтной воды полностью или частями переносят в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3-4. Для лучшего расслоения экстрагента в пробу прибавляют хлорид натрия (10 г на 1 л пробы). Экстракцию проводят 20 мл гексана в течение 5 мин., сливая после разделения фаз слой органического растворителя в колбочку. Вторую экстракцию проводят с 10 мл гексана в течение 5 мин., сливая экстракт в ту же склянку. Водный слой отбрасывают, а делительную воронку

промывает 10 мл гексана, которые присоединяют к объединенному гексановому экстракту. Экстракт высушивают сульфатом натрия, который прибавляют в количестве, необходимом для полного поглощения влаги. Обезвоженный экстракт сливают, не допуская попадания сульфата натрия, в колбочку для отгонки растворителя, промывая склянку двумя порциями гексана по 5 мл; на водяной бане отгоняют гексан при 69°C до объема экстракта ~ 5 мл. Оставшийся гексановый экстракт осторожно, избегая потерь, пропускают через колонку с окисью алюминия, собирая элюат во взвешенную бюксу, колбочку и соответственно колонку промывают тремя порциями гексана по 5 мл (уровень жидкости в колонке не должен опускаться ниже верхней границы слоя окиси алюминия). Испарение элюата и расчет содержания нефтепродуктов проводят так же, как в методе колоночной хроматографии с весовым окончанием.

#### О к р у г л е н и е   р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

0,3 - 5,0

0,1

> 5

1

#### О п р е д е л е н и е   н е ф т е п р о д у к т о в м е т о д о м   к о л о н о ч н о й   х р о м а т о - г р а ф и и   с   ф о т о м е т р и ч е с к и м о к о н ч а н и е м

#### П р и н ц и п   м е т о д а

Метод основан на отделении извлеченных органическим растворителем нефтепродуктов от полярных соединений колоночной хроматографией на окиси алюминия и количественном определении по интенсивности светопоглощения в ультрафиолетовой области спектра.

#### Х а р а к т е р и с т и к а   м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация 0,3 мг/л нефтепродуктов. Относительное стандартное отклонение при концентрациях нефтепродуктов 0,3-2 мг/л составляет 10% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы без учета времени на испарение растворителя ~ 3 ч.



Месячные влияния, см. с. 180

Приборы и реактивы

1. Фотозлектроколориметр с ртутно-кварцевой лампой СВД-120 А.
2. Кюветы с толщиной слоя 50 мм.
3. Вентилятор комнатный.
4. Колонка с активированной окисью алюминия (см. с. 180). Для поглощения 50-100 мг полярных соединений в колонку вносят 1 г окиси алюминия.

5. Четыреххлористый углерод, х. ч. Проверяют чистоту каждой партии на отсутствие поглощения в ультрафиолетовой области спектра. Для сравнения используют предварительно очищенный и перегнанный четыреххлористый углерод. При наличии примесей всю партию четыреххлористого углерода очищают экстракционной обработкой концентрированной серной кислотой (пл. 1,84) в соотношении объемов 10:1 в течение 30 мин. Затем четыреххлористый углерод отделяют, промывают дистиллированной водой, сумат сульфатом натрия и отгоняют фракцию при 71,6°C.

6. Гексан, х. ч. Проверку и очистку проводят так же, как четыреххлористого углерода. Очищенный гексан перегоняют и отбирают фракцию при 68,8-69,0°C.

7. Сульфат натрия безводный, х. ч., см. с. 180.

8. Окись алюминия, "для хроматографии", II степени активности. Готовят прокаливанием окиси алюминия "для хроматографии" при температуре 600-700°C в течение 3 ч. На каждые 100 г обезвоженного сорбента добавляют 3 г дистиллированной воды, встряхивают в герметически закрытом сосуде 5-10 мин. и оставляют на 12 час., после чего реактив готов к употреблению.

9. Стандартный раствор нефтепродуктов. Готовят из нефтепродуктов, извлеченных из исследуемой воды, как указано в ходе определения метода колоночной хроматографии с весовым окончанием. Навеску 0,015 г выделенных "чистых" нефтепродуктов растворяют в четыреххлористом углероде или гексане в мерной колбе вместимостью 50 мл. 1 мл

раствора содержит 0,3 мг нефтепродуктов.

Если выделенные из исследуемой воды нефтепродукты не используются сразу, а сохраняются какое-то время, то возможно их окисление, и тогда для приготовления стандартных растворов они должны быть очищены.

Для этого 1 г нефтепродуктов растворяют в  $\sim$  20 мл гексана, пропускают последовательно через 2 колонки с 2 г окиси алюминия каждая, промывая колонки 2-3 порциями гексана по 5 мл. Прощедший через вторую колонку раствор собирают в бюксу, гексан испаряют под вентилятором. После полного испарения гексана бюксу взвешивают на аналитических весах через каждые 2 мин. до достижения постоянной массы.

#### К а л и б р о в о ч н ы й    г р а ф и к

В мерные колбы вместимостью 25 мл вносят 0; 1,0; 2,0; 3,0; 5,0; 10,0 мл стандартного раствора нефтепродуктов, доводят до метки гексаном, хорошо перемешивают. Концентрации полученных растворов соответственно равны: 0; 0,3; 0,6; 0,9; 1,5; 3,0 мг. Через 30 мин. измеряют оптическую плотность растворов на ФЭКе в ультрафиолетовой области (ртутно-кварцевая лампа СВД-120 А) с нейтральным светофильтром ( $\lambda = 315$  нм) в кюветах с толщиной слоя 50 мл, используя в качестве раствора сравнения гексан (холостая проба). Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация нефтепродуктов в мг.

#### Х о д   о п р е д е л е н и я

1 л отобранной исследуемой пробы воды, содержащей 0,3-3,0 мг нефтепродуктов, переносят в делительную воронку, подкисляют соляной кислотой до pH 3-4, добавляют хлорид натрия и экстрагируют 20 мл четыреххлористого углерода в течение 10 мин. (склянку, в которой находилась проба, ополаскивают растворителем, который используют для экстракции). Экстракт в колбочке высушивают сульфатом натрия, который прибавляют в количестве, необходимом для полного поглощения влаги. Обезвоженный экстракт сливают в бюксу, заполнив ее на 3/4 объема. Бюксу помещают в вытяжной шкаф на расстоянии 50-60 см от вентилятора и испаряют растворитель, колбочку промывают двумя порциями ( $\sim$  по 3 мл каждая) четыреххлористого углерода, которые переносят в ту же бюксу. Четыреххлористый углерод испаряют до объема экстракта  $\sim$  0,5 мл, после чего испарение про-

должны без вентилятора. Остаток после испарения четыреххлористого углерода растворяют в 5 мл гексана. Полученный раствор осторожно, избегая потерь, пропускают через колонку с окисью алюминия, собирая элюат в мерную колбу на 25 мл, биксу и колонку промывают четырьмя порциями гексана по 5 мл. Уровень жидкости в колонке до прибавления последней порции гексана не должен опускаться ниже верхней границы слоя окиси алюминия. Объем элюата доводят до метки гексаном. Через 30 мин. фотометрируют. Концентрацию нефтепродуктов находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание нефтепродуктов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация нефтепродуктов, найденная по калибровочному графику, мг;

V - объем исследуемой воды, мл.

#### О к р у г л е н и е    р е з у л ь т а т о в

Диапазон, мг/л

Округление, мг

0,3 - 2,0

0,1

### СИНТЕТИЧЕСКИЕ ПОВЕРХНОСТНО-АКТИВНЫЕ ВЕЩЕСТВА (СПАВ)

Синтетические поверхностно-активные вещества в зависимости от свойств делятся на анионоактивные, катионоактивные и неионогенные. Шахтные воды загрязнены, в основном, анионоактивными веществами, представляющими собой соли сложных эфиров и сульфокислот, которые в водном растворе ионизируются с образованием отрицательно заряженных органических ионов. Для определения анионоактивных СПАВ рекомендуется фотометрический метод с метиленовой синей. Метод предназначен для анализа всех типов шахтных вод с содержанием растворенных анионоактивных веществ от 0,05 до 2 мг/л, при соответствующем разбавлении

возможно определение более высоких концентраций.

Пробы отбирают в стеклянную или полиэтиленовую посуду. Если определение в день отбора невозможно, пробы консервируют 2-4 мл хлороформа или дихлорэтана на 1 л исследуемой воды и хранят при 3-4°C в течение 2-3 суток.

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ АНИОНОАКТИВНЫХ СПАВ С МЕТИЛЕНОВОЙ СИНЕЙ

### П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на фотометрическом определении экстрагируемого хлороформом или дихлорэтаном окрашенного комплекса, образующегося при взаимодействии анионоактивных веществ с метиленовой синей в щелочной среде.

### Х а р е к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация анионоактивных СПАВ 0,05 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентраций 0,1-0,5 мг/л составляет 16%, 1-2 мг/л - 10% ( $n = 8$ ). Продолжительность определения единичной пробы 1,5 ч.

### М е ш а ю щ и е в л и я н и я

Определению мешают хлориды, нитраты, сульфиды. Влияние хлоридов и нитратов устраняется в ходе анализа промывкой экстракта кислым раствором метиленовой синей. Сульфиды окисляют добавлением 10 мл фосфатного буферного раствора, 2 мл 20%-ного раствора перекиси водорода на 100 мл пробы.

### П р и б о р ы и р е а к т и в ы

1. Ф о т о э л е к т р о к о л о р и м е т р .
2. К ю в е т ы с т о л щ и н о й с л о я 20 м м .
3. Н е й т р а л ь н ы й р а с т в о р м е т и л е н о в о й с и н е й . Растворяют 0,35 г метиленовой синей, х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 1 л.
4. К и с л ы й р а с т в о р м е т и л е н о в о й с и н е й . Растворяют 0,35 г метиленовой синей ~ в 500 мл дистиллированной воды в мерной колбе вместимостью 1 л, прибавляют 6,5 мл концентрированной серной кислоты (пл. 1,84), х.ч., и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой.

5. Едкий натр, 1N раствор. Готовят из фиксанала или растворяют 4 г едкого натра, х.ч., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 100 мл.

6. Фосфатный буферный раствор, pH = 10. Растворяют 10 г двузамещенного фосфата натрия,  $\text{Na}_2\text{HPO}_4$ , ч.д.а., в 900 мл дистиллированной воды, добавляют 1N раствор едкого натра до pH 10 (контроль по индикаторной бумаге), раствор разбавляют до 1 л дистиллированной водой.

7. Хлороформ, х.ч., или дихлорэтан ч.д.а.

8. Стандартные растворы сульфанола:

А. Основной раствор. Растворяют 0,3333 г сульфанола (в пересчете на 100% СПАВ), ч.д.а., в дистиллированной воде в мерной колбе вместимостью 500 мл, добавляют 1 мл хлороформа или дихлорэтана и доводят объем раствора до метки дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,5 мг анионоактивных СПАВ. Раствор устойчив в течение месяца при хранении в склянке с притертой пробкой при 3-4°C.

Б. Рабочий раствор. Готовят разбавлением основного раствора в 50 раз дистиллированной водой. 1 мл раствора содержит 0,01 мг анионоактивных СПАВ. Раствор должен быть всегда свежеприготовленным.

К а л и б р о в о ч н ы й   г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в ряд мерных колб вместимостью 100 мл вносят 0; 0,5; 1; 2; 5; 10; 15; 20 мл рабочего раствора и доводят объемы до метки дистиллированной водой. Концентрации этих растворов соответственно равны 0; 0,005; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1; 0,15; 0,20 мг СПАВ. Каждый раствор количественно переносят в делительную воронку на 250 мл, приливают при перемешивании 10 мл фосфатного буферного раствора, 5 мл нейтрального раствора метиленовой синей и добавляют 12 мл экстрагента (хлороформ или дихлорэтан). Смесь энергично встряхивают 1 мин и после разделения фаз экстракт сливают во вторую делительную воронку, содержащую 110 мл дистиллированной воды и 5 мл кислого раствора метиленовой синей. В первую воронку добавляют 12 мл экстрагента и

аналогичным способом проводят вторую экстракцию, сливая экстракт также во вторую делительную воронку. Затем содержимое второй воронки энергично встряхивают в течение 1 мин и оставляют до расслоения жидкостей, после чего экстракт сливают, фильтруя его через маленький фильтр "красная лента" в мерную колбу вместимостью 25 мл, доводят объем раствора до метки экстрагентом. Окраска экстракта устойчива в течение длительного времени ( $\sim 5$  ч.). Оптическую плотность экстракта измеряют на ФЭКе с красным светофильтром ( $\lambda = 597$  нм) в кюветках с толщиной слоя 20 мм (если экстрагент дихлорэтан, в правом световом пучке ФЭКа устанавливают поглотитель), используя в качестве раствора сравнения применяемый экстрагент. Величину оптической плотности холостого опыта вычитают из результатов измерений оптической плотности стандартных растворов. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация анионоактивных СПАВ, мг. Построение нового калибровочного графика проводят каждый раз с вновь приготовленными растворами метиленовой синей.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

100 мл исследуемой воды, содержащей 0,005-0,2 мг анионоактивных СПАВ, или меньший ее объем при концентрациях СПАВ  $> 2$  мг/л доведенный до 100 мл дистиллированной водой, вносят в делительную воронку и проводят определение, как при построении калибровочного графика. Концентрацию анионоактивных СПАВ в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание анионоактивных СПАВ ( $X$ ) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где  $C$  - концентрация анионоактивных СПАВ, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

$V$  - объем исследуемой воды, мл.

Диапазон, мг/л	Округление, мг
0,05 - 1,00	0,01
1,0 - 2,0	0,1
и более	

## Ф Е Н О Л Ы

Содержание фенолов в шахтных водах сравнительно невелико и колеблется от 0,001 до сотых долей мг/л, для их суммарного определения рекомендуется экстракционно-фотометрический метод с 4-аминоантипирином. Метод применим для анализа нейтральных вод любого состава и минерализации.

Пробы отбирают в стеклянную посуду с притертыми пробками. Если анализ не может быть выполнен в день отбора, пробы консервируют добавлением 4 г едкого натра на 1 л воды, хранят при 3-4<sup>0</sup>С в течение 3-4 суток.

Определению фенолов должна предшествовать их отгонка из исследуемой пробы воды с целью выделения только летучих с водяным паром фенолов и исключения мешающего влияния других соединений.

Фотометрическое определение  
летучих с водяным паром  
фенолов с применением 4-амино-  
антипирина

### П р и н ц и п м е т о д а

Метод основан на взаимодействии фенолов с 4-аминоантипирином в щелочной среде в присутствии окислителя персульфата аммония с образованием антипиринового красителя.

Продукт реакции экстрагируют смесью изоамилового спирта с хлороформом. Необходимо следить, чтобы проба исследуемой воды и стандартные растворы отвечали оптимальным условиям проведения реакции: имели одинаковую величину pH и температуру.

### Х а р а к т е р и с т и к а м е т о д а

Минимальная определяемая концентрация фенолов 0,001 мг/л. Относительное стандартное отклонение для концентрации

0,001 мг/д составляет 20%, для концентраций 0,002-0,004 мг/д - 15%, выше 0,005 мг/д - 10% ( $n = 10$ ). Продолжительность определения единичной пробы 3,5 ч.

#### Мешающие влияния

Определению мешают восстановители (сероводород, сульфиды и др.), нефтепродукты, смолы. Влияние мешающих веществ устраняется перегонкой.

#### Приборы и реактивы

1. Фотоэлектродколориметр.
2. Кюветы с толщиной слоя 20 мм или 30 мм.
3. Прибор для перегонки фенолов собранный на шлифах, состоящий из круглодонной перегонной колбы, каплеуловителя, шарикового холодильника, переходников и колбы-приемника (рис.6).

4. Бидистиллят. Получают перегонкой дистиллированной воды с перманганатом калия и едким натром. Все реактивы готовят на бидистилляте.

5. Сульфат меди, 10% - ный раствор. Растворяют 10 г сульфата меди,  $CuSO_4 \cdot 5H_2O$ , х.ч., в 90 мл бидистиллята.

6. Серная кислота, х.ч., концентрированная (пл. I,84).

7. Едкий натр, 0,05N раствор. Готовят из фиксаля.

8. 4-аминоантипирин. Растворяют 0,4 г 4-аминоантипирина

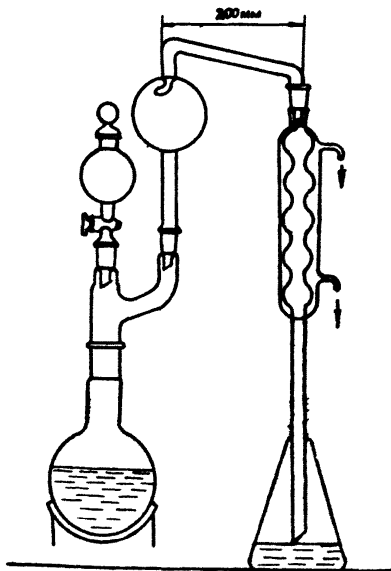


Рис.6. Прибор для отгонки летучих с водяным паром фенолов



в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 200 мл. Раствор годен к употреблению в течение 10 дней.

9. Персульфат аммония, 20 % - н ы й р а с т в о р. Растворяют 50 г персульфата аммония,  $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ , х.ч. или ч.д.а., в 200 мл бидистиллята, нейтрализуют концентрированным раствором аммиака по лакмусовой бумаге, доводят объем раствора бидистиллятом до метки и фильтруют. Раствор годен к употреблению 30 дней.

10. Б у ф е р н ы й р а с т в о р (рН = 9,6 - 9,8). Растворяют 20 г хлорида аммония,  $\text{NH}_4\text{Cl}$ , х.ч., в 100 мл концентрированного раствора аммиака.

11. Э к с т р а к ц и о н н а я с м е с ь. 100 мл хлороформа, х.ч., смешивают с 200 мл изоамилового спирта, ч.д.а. При отсутствии изоамилового спирта применяют хлороформ.

12. С т а н д а р т н ы е р а с т в о р ы ф е н о л а.

А. О с н о в н о й р а с т в о р. Растворяют 10,0000 г свежеперегнанного при 181°C фенола в бидистилляте в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 10 мг фенола.

Б. П е р в ы й р а б о ч и й р а с т в о р. Разбавляют 10 мл основного раствора бидистиллятом в мерной колбе вместимостью 1 л. 1 мл раствора содержит 0,1 мг фенола. Раствор готовят в день анализа.

В. В т о р о й р а б о ч и й р а с т в о р. Готовят разведением первого рабочего раствора в 100 раз. 1 мл раствора содержит 0,001 мг фенола. Раствор готовят непосредственно перед употреблением.

К а л и б р о в о ч н ы й г р а ф и к

Для приготовления серии стандартных растворов в мерные колбы вместимостью 500 мл вносят 0; 0,5; 1,0; 2,5; 5,0; 10,0; 25,0; 50,0 мл второго рабочего раствора, доводят объемы растворов до метки дистиллированной водой. Концентрации полученных растворов соответственно равны 0; 0,0005; 0,001; 0,0025; 0,005; 0,010; 0,025; 0,050 мг фенола. Каждый раствор количественно переносят в делительную воронку на 500 мл, прибавляют 5 мл буферного раствора, 5 мл раствора 4-аминоантипирина, 5 мл раствора персульфата аммония, перемешивая после прибавления каждого реактива, и оставляют на 15 мин. Затем вносят

20 мл экстракционной смеси или хлороформа и энергично встряхивают 2 мин. После расслоения экстракт фильтруют через бумажный фильтр "красная лента" в кивету с толщиной слоя 20 мм, при использовании хлороформа - в кивету 30 мм и измеряют оптическую плотность на фФК с синим светофильтром ( $\lambda = 440$  нм). В качестве раствора сравнения используют экстракционную смесь или хлороформ. Величину оптической плотности холостого опыта вычитают из результатов измерений оптической плотности стандартных растворов. Строят калибровочный график в координатах: оптическая плотность - концентрация фенола в мг. Проверку калибровочного графика по 2-3 точкам проводят каждый раз с вновь приготовленным раствором 4-аминоантипирива.

#### Х о д о п р е д е л е н и я

К 500 мл пробы воды, помещенной в колбу прибора для отгонки, приливают 5 мл раствора сульфата меди и 5 мл концентрированной серной кислоты. В приемную колбу наливают 10 мл раствора едкого натра и ведут отгонку при умеренном нагреве, бурное кипение недопустимо. Отгоняют ~450 мл дистиллята, которые переносят в мерную колбу вместимостью 500 мл и доводят объем до метки дистиллированной водой. Далее весь раствор 500 мл, если содержание в нем фенолов не превышает 0,050 мг, или его часть 50-100 мл, разбавленную до 500 мл дистиллированной водой, переносят в делительную воронку и обрабатывают так же как стандартные растворы. Одновременно с пробой, но без отгонки, проводят холостой опыт с дистиллированной водой и оптическую плотность его вычитают из оптической плотности пробы. Концентрацию фенолов в определяемом объеме находят по калибровочному графику.

#### Р а с ч е т

Содержание фенолов (X) в мг/л рассчитывают по формуле

$$X = \frac{C \cdot 1000}{V},$$

где C - концентрация фенолов, найденная по калибровочному графику во взятом для анализа объеме воды, мг;

V - объем пробы (500 или 50-100), взятый для экстракции, мл.



## СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

### Общая

1. Бабко А.К., Пятницкий М.В. Количественный анализ. - М.: Высшая школа, 1962,-495 с.
2. Бабко А.К., Пилипенко А.Т. Фотометрический анализ (методы определения неметаллов). - М.: Химия, 1974.-359 с.
3. Воскресенский П.И. Техника лабораторных работ. - М.: Госхимиздат, 1962.-474 с.
4. Гиллебранд В.Ф. и др. Практическое руководство по неорганическому анализу. - М.: Химия, 1960,- 974 с.
5. Грушко Я.М. Ядовитые металлы и их неорганические соединения в промышленных и сточных водах. - М.: Медицина, 1972.-175 с.
6. Европейские стандарты питьевой воды. Всемирная Организация здравоохранения. Женева, 1972.-59 с.
7. Инструментальные методы анализа шахтных вод. Пермь, 1977,-106 с.
8. Драчев С.М., Раузов А.С., Скопинцев Б.А. и др. Приемы санитарного изучения водоемов. - М.: Госмедиздат, 1960.-352 с.
9. Комплексометрия. - М.: Госхимиздат, 1958.-195 с.
10. Коростелев П.П. Приготовление растворов для химико-аналитических работ. - М.: Наука, 1964.-399 с.
11. Карякин Ю.В., Ангелов И.И. Чистые химические вещества. - М.: Химия, 1974.-407 с.
12. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод. - М.: Химия, 1974.-335 с.
13. Лурье Ю.Ю. Справочник по аналитической химии. - М.: Химия, 1971.-389 с.
14. Марченко З. Фотометрическое определение элементов. - М.: Мир, 1971.-501 с.
15. Методика технологического контроля работы очистных сооружений городской канализации. - М.: Стройиздат, 1977.-304 с.
16. Методическое руководство по анализу природных и сточных вод. Челябинск, Южно-Уральское книжное издательство,

1973.-189 с..

17. Международные стандарты питьевой воды. Всемирная Организация здравоохранения. Женева, 1973.-77 с.

18. Методы анализа природных и сточных вод. - М.: Наука, 1977,-258 с.

19. Резников А.А., Муликовская Е.П., Соколов И.Б. Методы анализа природных вод. - М.: Недра, 1970.-488 с.

20. Руководство по анализу шахтных вод. - М., 1972,-159 с.

21. Руководство по химическому и технологическому анализу воды. - М.: Стройиздат, 1973,-272 с.

22. Руководство по химическому анализу поверхностных вод суши. - Л.: Гидрометеоиздат, 1977.-540 с.

23. Сендел Е. Колориметрические методы определения следов металлов. - М.: Мир, 1964.-902 с.

24. Сусленникова В.М., Киселева Е.К. Руководство по приготовлению титрованных растворов. - М.-Л.: Химия, 1965.-144 с.

25. Унифицированные методы анализа вод. - М.: Химия, 1973.-145 с.

26. Унифицированные методы исследования качества вод. Часть I. Изд. 3-е, М., СЭВ, 1977.-831 с.

27. Унифицированные методы анализа вод СССР. Выпуск I. - Л.: Гидрометеоиздат, 1978.-143 с.

28. Черкинский С.А. Санитарные условия спуска сточных вод в водоемы. - М.: Стройиздат, 1977.-244 с.

29. Шарло Г. Методы аналитической химии. Количественный анализ неорганических соединений. - М.: Химия, 1965.-975 с.

30. Шварценбах Г., Флашка Г. Комплексометрическое титрование. - М.: Химия, 1970.-359 с.

31. Standard Methods for the Examination of Water and Wastewater. APHA, Washington, 1971, p.874

#### Отбор проб

32. Инструкция по оценке качественно-количественного состава кислых шахтных вод для проектирования нейтрализационных установок. Пермь, НИИОСуголь, 1976.-49 с.

33. Руководство по эксплуатации сооружений для очистки шахтных вод. Пермь, ВНИИОСуголь, 1978.-44 с.

34. Методические указания по организации ведомственного контроля за сбросом сточных вод. Пермь, ВНИОСуголь, 1979. -25 с.

#### Контроль результатов химического анализа

35. Доерфель К. Статистика в аналитической химии. - М.: Мир, 1969.-248 с.

36. Рекомендации по представлению результатов химического анализа. Комиссия ИЮПАК по аналитической номенклатуре (перевод). ЖАХ, 1971, т.26, вып.5, 1021 с.

37. Чарыков А.К. Математическая обработка результатов химического анализа. - Л., Ленинградский университет, 1977. -120 с.

#### Кислотность

38. Бейсова М.П. и др. К определению кислотности шахтных вод.: Гидрохимические материалы, т.37, 1964, с.148-153.

39. Муликовская Е.П. Анализ и химическая характеристика рудничных вод сульфидных месторождений. материалы ВСЕГЕИ.: Геохимия, 1947, № 6, с.31-54.

40. Мительман Д.Я., Вековшина С.И. К определению свободной серной кислоты в шахтных водах. Тезисы 24 Всесоюзного гидрохимического совещания. Новочеркасск, 1970.

41. Мительман Д.Я., Вековшина С.И. О кислотности шахтных вод. - В сб.: Научные труды Пермниун, 1971, вып.13, с.251-254.

#### Окисляемость

42. Алевин О.А., Семенов А.Д., Скопинцев Б.А. Руководство по химическому анализу вод суши. - Л.: Гидрометеоздат, 1973, с.64-74.

43. Барс Е.А., Коган С.С., Биткова Н.А., Михеева Н.И. К вопросу об определении общего содержания органических веществ в подземных водах.: Гидрохимические материалы, 1969, т.50, с.108-114.

44. Дурье Ю.Ю., Николаева З.В. Определение окисляемости природных и сточных вод при малом содержании в них органических загрязнений. ЖАХ, 1973, т.28, № 7, с.1433-1435.

45. Манская С.М., Дроздова Т.В. Геохимия органического

щества. - М.: Наука, 1964, -315 с.

46. Николаева Е.А. О бихроматном методе определения окисляемости органических веществ в пресных водах. Гидрохимические материалы, 1953, т.20, с.68-78.

47. Петрова Г.Л. Определение бихроматной окисляемости водных вытяжек из полимерных материалов, предназначенных для применения в пищевой промышленности. - Гигиена и санитария, 1974, № 1, с.65-68.

48. Рыбникова А.И., Николаева Э.В. К определению бихроматной окисляемости в природных водах. - Сб.: Очистка производственных сточных вод, М., 1973, № 5, с.172-177.

49. Скопинцев Б.А. Органическое вещество в природных водах (водный гумус): Труды ГОИНа, в.17. - Л.: Гидрометеоздат, 1959.- с.289-291.

50. Скопинцев Б.А., Гончарова И.А. Успехи советской гидрохимии в области изучения органических веществ природных вод. - Гидрохимические материалы, 1967, т.45, с.133-154.

51. Сивко Т.Н. К методике определения бихроматной окисляемости чистых и загрязненных вод. - Гидрохимические материалы, 1960, т.30, с.190-197.

#### Биохимическое потребление растворенного кислорода

52. Алевин О.А., Семенов А.Д., Скопинцев Б.А. Руководство по химическому анализу вод суши. - Л.: Гидрометеоздат, 1973.- с.74-79.

53. Дурье Ю.Ю., Одаржк В.А. В сб.: Охрана труда и техника безопасности, очистка сточных вод. НИИТЭХИМ, 1974, № 7, с.10-11.

54. Лейте В. Определение органических загрязнений питьевых, природных и сточных вод. - М.: Химия, 1975, с.80-93.

55. Роговская Ц.И. Биохимическая и химическая потребность в кислороде отдельных органических соединений. - В сб.: Воснабжение и санитарная техника, 1971, № 5, с.20-23.

#### Фосфаты

56. Бикбулатов Э.С. О методе определения общего фосфора в природных водах. - Гидрохимические материалы, 1974, т.60, с.167-173.

57. Исаева А.Б. Определение малых количеств фосфатов в морской воде и определение фосфатов в мутных водах. ЖАХ, 1969, т.24, № 12, с.1854-1859.

58. Никулина Г.Н. Обзор методов колориметрического определения фосфора по образованию "молибденовой сини". - М.-Л.: Наука, 1965.- 44 с.

59. Heron J The seasonal variation of phosphate, silicate and nitrate in waters of the English Lake district. „Limnol and Oceanogr.“, 1961, vol. 6, p.338-346

#### Силикаты

60. Анализ минерального сырья. Под общей редакцией Ю.Н. Книппович, Ю.В. Морачевского. - Л., ГНТИХЛ, 1959. - с.77-78.

61. Бабко А.К., Пилипенко А.Т. Колориметрический анализ. - М.-Л., 1957.- 408 с.

62. Егорова Е.Н. Методы выделения кремневой кислоты и аналитического определения кремнезема. - М.-Л., изд.АН СССР, 1959,-50 с.

63. Eckert U Bestimmung von Mikrogrammen -gen silicium als Silicomolybdanblau.- „Z. Anal. Chem.“, 1958, Bd 161, № 8, s. 421

64. Morrison J.K., Wilson A.J The Absorpt: o - metric Determination of Silicon in Water. - „ The Analyst “, 1963, vol, 88, p. 1043

#### Бораты, иодиды, бромиды

65. Викторова М.Е., Кожова А.В. Определение бора в высокоминерализованных водах. - Труды института нефти АН Казахской ССР, 1961. № 4, с.171-174.

66. Глебович Т.А. Метод определения микроколичеств бора в водах. - Труды НИИ гидрогеологии и инженерной геологии, 1961, № 1, с.172-175.

67. Методическое руководство по определению микроэлементов в природных водах при поисках рудных месторождений. - М.: Госгеолтехиздат, 1961, с.52-63.



68. Немодрук А.А., Каралова З.К. Аналитическая химия бора. - М.: Наука, 1964.-270 с.

69. Прибил Р. Аналитическое применение этилендиамин-тетрауксусной кислоты и родственных соединений. - М.: Мир, 1975.-с.510-512.

#### Фториды, хлориды

70. Колориметрические (фотометрические) методы определения неметаллов. Перевод с англ. - М., Изд. иностр. лит., 1963.-с.256-304.

71. Крешков А.П. Основы аналитической химии. - М.: Химия, 1977, т.3, с.60-66.

72. Ляликов Ю.С. Физико-химические методы анализа. - М.: Химия, 1974. с.407-409.

73. Domask W.C., Kobe K.A. Mercurimetric determination of chlorides and water-soluble chlorohydrins. - „Anal. Chem.“, 1952, vol. 24, p. 989

#### Сульфаты

74. Арсеньев В.И. Определение сульфатов с нитхромазо в электролитах. - Заводская лаборатория, 1968, т.34, № 12, 1448 с.

75. Бусев А.И. Аналитическая химия серы. - М.: Наука, 1975. 270 с.

76. Басаргин Н.Н. и др. Фотометрическое определение микроколичеств сульфат-иона с нитхромазо. ЖАХ, 1968, т.23, № 5, с.732-735.

77. Басаргин Н.Н., Новикова К.Ф. Микрометод определения серы с новым индикатором нитхромазо. ЖАХ, 1966, № 4, с.473-477.

78. Кузнецов В.И., Басаргин Н.Н. Применение нитхромазо при объемном определении сульфатов. - Заводская лаборатория, 1965, № 5, с.538-540.

79. Котик Ф.И. Определение сульфат-ионов в сточных водах гальванических цехов. - Заводская лаборатория, 1971, № 5, с.541-544.

80. Симонова Л.Н. Органические реактивы для определения неорганических ионов. Ассортимент реактивов на серу. - М.:

НИИТЭХИМ, 1971, 67с.

81. Саввин С.Б., Акимова Т.Г. и др. Органические реагенты для определения  $Ba^{2+}$  и  $SO_4^{2-}$ . - М.: Наука, 1971, 103 с.

82. Цыплакова Н.Г., Полторакова В.А. Быстрый метод определения сульфат-ионов в сточной воде с использованием индикатора нитромазо. - В кн.: Техническая и экономическая информация. Сер. Методы анализа и контроля производства в химической промышленности. - М.: НИИТЭХИМ, 1972, вып.3, с.30-34.

#### Жесткость, кальций

83. Беленький С.М. и др. Сравнительная оценка металлоиндикаторов при определении кальция. - Заводская лаборатория, 1977, № 6, с.649-650.

84. Брудзь В.Г. и др. Ассортимент реактивов на кальций. - М., НИИТЭХИМ, 1969, 62 с.

85. Инструкция по применению кальциона. - М.: ЦНИИРеактив, 1966, 58 с.

86. Лукин А.М., Смирнова А.К., Заварихина Г.Б. О новом реагенте для фотометрического и комплексометрического определения кальция. ЖАХ, 1963, т.18, с.444-449.

87. Митягина О.В. и др. Комплексометрический метод определения жесткости. - Гигиена и санитария, 1955, № 1, с.30-33.

88. Стюнкель Т.Б. и др. О поведении некоторых катионов при комплексометрическом методе определения жесткости воды. ЖАХ, 1953, т.8, № 3, с.280-283.

#### Железо, алюминий

89. Башкирцева А.А., Якимец Е.М. О трилометрическом определении железа. - Заводская лаборатория, 1959, № 5, с.410-412.

90. Брусиловский С.А. О миграционных формах элементов в природных водах. - Гидрохимические материалы, 1963, т.35, с.3-16.

91. Вековщина С.И., Немковский Б.Б. О методах анализа шахтных вод. Тезисы 26 Всесоюзного гидрохимического совещания. Сб.2. Новочеркасск, 1975.- 45 с.

92. Мальцев В.Ф. Быстрое фотометрическое определение алюминия в медно-цинковых сплавах. - Заводская лаборатория, 1961, № 7, с.807-811.

93. Соломин Г.А. Ионные равновесия железа в природных водах. - Гидрохимические материалы, 1967, т.43, с.88-94.

94. Соломин Г.А., Фесенко Н.Г. Трилометрическое определение  $\text{Ca}^{2+}$ ,  $\text{Mg}^{2+}$ ,  $\text{Fe}^{3+}$ ,  $\text{Fe}^{2+}$  и  $\text{Al}$  в кислотных водах угольных шахт. - Гидрохимические материалы, 1961, т.33, с.128-133.

95. Тихонов В.Н. Фотометрические методы определения алюминия. - ЖАХ, 1966, № 7, с.829-833.

96. Шидловская-Овчинникова Ю.С. К вопросу о разработке методов количественного определения растворенного неомного железа в природных пресных водах. - Гидрохимические материалы, 1963, т.35, с.168-176.

97. Шидловская-Овчинникова Ю.С. Количественное определение различных форм железа в природных водах. - Гидрохимические материалы, 1955, т.34, с.33-35.

98. Plumb R.H. A note on the iron-organic relationship in natural water., *Water Res.*, 1973, vol.7, №4, p. 581-585

#### Цинк, медь

99. Вода питьевая Методы анализа. М., 1976, с.44-46, 107-110.

100. Жанталай Б.П. Фотометрическое определение меди в сточных водах. Тезисы докладов на Всесоюзном совещании по химическим и инструментальным методам анализа природных и сточных вод. 1973, 41 с.

101. Жигаловская Т.Н. и др. Методика определения содержания микроэлементов в воде атмосферных осадков. - В кн.: Метеорологические аспекты загрязнения атмосферы. - Л.: Гидрометеиздат, 1971.- с.310-319.

102. Манская С.М., Дроздова Т.В., Емельянова М.П. Связывание меди различными формами природных органических соединений. - Почвоведение, 1958, т.41, № 6.

## Марганец

Ю3. Нахшина Е.П. Марганец в пресных водах. - Гидробиологический журнал, 1975, № 2, с.98-102.

Ю4. Сердобольский Н.П. и др. Щелочно-кислотные условия образования растворимых органических соединений марганца. - Почвоведение, 1953, № 7, с.43-45.

Ю5. Brewer P.U., Spenser D.W. Colorimetric determination of manganese in anoxic waters. - „Limnol and Oceanogr.“, 1971, vol. 16, №1, p. 107-110

## Хром

Ю6. Ипатов П.Ф., Семочкина Л.А. Об устойчивости растворов дифенилкарбазида для колориметрического определения хрома. - Заводская лаборатория, 1973, № 2, с.151-152.

Ю7. Комарь Н.П., Палагина Л.С. Спектрофотометрическое определение никеля, кобальта и хрома в сталях. - ЖАХ, 1966, т.21, № 11, с.1324-1331.

Ю8. Пришибил Р. Аналитическое применение этилендиамин-тетрауксусной кислоты и родственных соединений. М.: Мир, 1975.- с.477-478.

Ю9. Тихонов Г.П. Ассортимент органических реактивов для определения хрома. - М., НИИТЭХИМ, 1974.-42 с.

Ю10. Rameswar P., Kamanijam S. New spectrophotometric method for the estimation of hexavalent chromium in water. - „Res. and Ind“ 1974, vol. 19, №1, p. 26-29

## Химико-спектральное определение группы тяжелых металлов

III. Диантипирилметан и его гомологи как аналитические реагенты. Ученые записки Пермского университета № 324, Пермь, 1974.-278 с.

II2. Еременко В.Я. Спектрографическое определение микроэлементов (тяжелых металлов) в природных водах. - Л.: Гидрометеоиздат, 1969.-109 с.

II3. Калинин С.К. и др. Атлас спектральных линий для кварцевого спектрографа. - М.: Гостехиздат, 1959.-44 с.

II4. Кононенко Н.И., Ощепкова А.П. О формировании микроэлементного состава шахтных вод Кузбасса. - Научные труды Пермниун, вып.20. - М., ИГД им.Скочинского, 1975.-с.80-85.

II5. Кононенко Н.И., Ощепкова А.П., Немковский Б.Б. О микроэлементном составе шахтных вод Западного Донбасса. - Научные труды НИИОСуголь, вып.22. - М., ИГД им.Скочинского, 1976,-с.101-106.

II6. Немковский Б.Б., Ощепкова А.П. Микроэлементный состав шахтных вод. - Гигиена и санитария, 1976, № 10, с.108-109.

II7. Ощепкова А.П. и др. Применение спектрографического метода для оценки микроэлементного состава шахтных вод. - Научные труды Пермниун, вып.18. - М., ИГД им.Скочинского, 1974.-с.60-65.

II8. Прокофьев В.К. Фотометрические методы количественного спектрального анализа металлов и сплавов. I и II ч. - М.: Гостехиздат, 1951.-413 с.

#### Нефтепродукты

II9. Иванова Н.А., Садова Г.Ф. Определение нефтепродуктов в сточных и природных водах фотометрическим и спектрофотометрическими методами. - В сб.: Гидрохимия Урала. Л., 1975, № 5, с.86-90.

II0. Наджарова К.Н. и др. Исследование применимости фотокolorиметрического метода к определению нефтепродуктов в сточной воде. - Труды ВНИИ ВОДТЕО, 1970, вып.23, с.107-111.

II1. Токуев Ю.С., Орадовский С.Г. Усовершенствованный весовой метод определения нефтепродуктов в морской воде. - Труды ГОИНа, 1972, № 113, с.54-59.

II2. Вековшинина С.И., Марьяновская С.М. Усовершенствованный гравиметрический метод определения нефтепродуктов в шахтных водах. - В н.-т. реф. сб.: Добыча угля подземным способом. - М., 1979, № 3, с.18-20.

II3. Kirschman H. Determination of Oil in Oil-Field Waste Waters. - „Amal. Chem.“, 1949, № 21, p.793

124. Giebler J., Koppe P. Method zur Bestimmung von Heiz- und microten in Wasser und Boden. — „Das Gas und Wasserfach“, 1964, Bd. 105, № 40, S. 1093-1097.

#### Фенолы

125. Каплин В.Т., Фесенко Н.Г. Колориметрическое определение микрограммовых количеств летучих (с водяным паром) фенолов с помощью 4-аминоантипирином. — В кн.: Современные методы анализа природных вод. М., изд. АН СССР, 1962, с. 131-135.

126. Коренман Я.И. Экстракция фенолов. Горький, Волго-Вятское книжное изд., 1973, 215 с.

127. Кирюхин В.К., Мелькановицкая С.Г., Швец В.М. Определение органических веществ в подземных водах. — М.: Недра, 1976. — с. 149-155.

128. Кауфман К.С. Изучение влияния некоторых компонентов, присутствующих в сточных водах, на определение содержания суммы летучих фенолов. — В сб.: Очистка производственных сточных вод. — М.: Стройиздат, 1973, № 5, с. 181-186.

129. Карасев И.С. и др. Унифицированные методы анализа фенолов в промышленных сточных водах. ЦНИИТЭНефтехим, 1976, 53 с.

130. Хоменко А.Н. и др. Определение некоторых летучих фенолов в водах. — В сб.: Методы определения загрязняющих веществ в поверхностных водах. — Л.: Гидрометеиздат, 1976, — с. 72-77.

131. Strohl U.W. Beitrag zur Analyse flüchtiger Phenole in Oberflächen- und Abwässern — „Mikrochim. acta“, 1969, № 1, s. 130-133

132. Vandevenne J. „Methodes de dosage des Phenols. — „Anal. eaux residuelles ind. Rapp. journees etude, 1973-1974“. Paris - Liege, 1974, p. 107-117

133. Božanška W., J. Korowaka C. Badania nad oznaczaniem fenoli w wodzie i sciekach. — „Roczniki Państwowego Zakładu Higieny“, 1966, vol 17, № 1, p. 87-93.

## П Р И Л О Ж Е Н И Я

Общие требования к составу и свойствам воды водных объектов у пунктов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования

("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами". Утверждены Министерством мелиорации и водного хозяйства СССР, Министерством здравоохранения СССР, Министерством рыбного хозяйства СССР  
19.05.74 № II66)

Показатели состава и свойств воды водоема или водотока	Категории водопользования	Для централизованного или нецентрализованного хозяйственно-питьевого водоснабжения, а также для водоснабжения пищевых предприятий	Для купания, спорта и отдыха населения, а также для водоемов в черте населенных мест
	I	2	3

Взвешенные вещества

Содержание взвешенных веществ не должно увеличиваться больше, чем на:

0,25 мг/л

0,75 мг/л

Для водоемов, содержащих в межень более 30 мг/л природных минеральных веществ, допускается увеличение содержания взвешенных веществ в воде в пределах 5%.

Взвеси со скоростью выпадения более 0,4 мм/сек для проточных водоемов и более 0,2 мм/сек для водохранилищ к спуску запрещаются.

Плавающие примеси (вещества)

На поверхности водоема не должны обнаруживаться плавающие пленки, пятна минеральных масел и скопление других примесей.

Запахи, привкусы

Вода не должна приобретать запахи и привкусы интенсивностью более 2-х баллов, обнаруживаемых:



I	!	2	!	3
		непосредственно или при последующем хлорировании		непосредственно
		Вода не должна сообщать посторонних запахов и привкусов мясу рыб.		
Окраска		Не должна обнаруживаться в столбике: 20 см		10 см
Температура		Летняя температура воды в результате спуска сточных вод не должна повышаться более, чем на 3°C по сравнению с среднемесячной температурой воды самого жаркого месяца года за последние 10 лет.		
Реакция		Не должна выходить за пределы 6,5-8,5 рН.		
Минеральный состав		Не должен превышать сухого остатка 1000 мг/л, в том числе хлоридов 350 мг/л и сульфатов 500 мг/л.		Нормируется по приведенному выше показателю "Привкусы".
Растворенный кислород		Не должен быть менее 4 мг/л в любой период года в пробе, отобранной до 12 часов дня.		
Биохимическая потребность в кислороде		Полная потребность воды в кислороде при 20°C не должна превышать 3,0 мг/л		6,0 мг/л
Возбудители заболеваний		Вода не должна содержать возбудителей заболеваний.		
		Сточные воды, содержащие возбудителей заболеваний, должны подвергаться обеззараживанию после соответствующей очистки.		
		Отсутствие содержания в воде возбудителей заболеваний достигается путем обеззараживания биологически очищенных бытовых сточных вод до коли-индекса не более 1 000 в одном литре при		

Продолжение прилож. I

I	!	2	!	3
Ядовитые вещества	<p>остаточном хлоре не менее 1,5 мг/л.</p> <p>Не должны содержаться в концентрациях, могущих оказать прямо или косвенно вредное действие на организм и здоровье населения.</p>			

Приложение 2

Предельно допустимые концентрации вредных веществ  
в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и  
культурно-бытового водопользования

("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения  
сточными водами". Утверждены Министерством мелиора-  
ции и водного хозяйства СССР, Министерством здраво-  
охранения СССР, Министерством рыбного хозяйства СССР  
19.05.74 № 1166)

Наименование ингредиента	Лимитирующий показатель вредности	Предельно допустимая концентрация (мг/л)
1	2	3
1. Адипат натрия	санитарно-токсикологический	1,0
2. Акриловая кислота	"	0,5
3. Аллил циапистый	"	0,1
4. Анисол	"	0,05
5. Анилин	"	0,1
6. Ацетонциангидрин	"	0,001
7. Ацетофенон	"	0,1
8. Бензол	"	0,5
9. Бериллий ( $Be^{2+}$ )	"	0,0002
10. Бром	"	0,2
11. Ванадий ( $V^{5+}$ )	"	0,1
12. Винилацетат	"	0,2
13. Висмут ( $Bi^{3+}$ )	"	0,5
14. Висмут ( $Bi^{5+}$ )	"	0,1
15. Вольфрам ( $W^{6+}$ )	"	0,1
16. Гексаметилендиамин	"	0,01
17. Гексанат	"	5,0
18. Гексахлорбензол	"	0,05
19. Гексоген (циклотриметилентринитроамин)	"	0,1
20. Гербан	"	2,0
21. Гидразин	"	0,01

	1	2	3
22. Гидроперекись изопропибензола	санитарно- -токсико- логический		0,5
23. Гептахлор	"		0,05
24. Гептиловый спирт	"		0,005
25. Дибутилдилауратолово	"		0,01
26. ДД	"		0,4
27. ДДБ	"		0,4
28. ДДТ	"		0,1
29. Дианат (2-метокси-3, 6-дихлорбензойная кислота)	"		15,0
30. Дизопропиламин	"		0,5
31. м-Дизопропибензол	"		0,05
32. п-Дизопропибензол	"		0,05
33. Диметиламин	"		0,1
34. Диметилдиоксан	"		0,005
35. Диметилдитиокарбамат	"		0,5
36. Диметилфенилгаринол	"		0,05
37. Динитрил адипиновой кислоты	"		0,1
38. Динитродиаэтиленгликоль	"		1,0
39. Динитротолуол	"		0,5
40. 2,4-Динитрофенол	"		0,03
41. Дихлордибутилолово	"		0,002
42. 2,3-Дихлор-1,4-нафтахинон	"		0,25
43. 1,2-Дихлоризобутан	"		0,4
44. 1,3-Дихлоризобутилен	"		0,4
45. 2,3-Дихлоризобутилен	"		0,4
46. 1,2-Дихлорпропан	"		0,4
47. 1,3-Дихлорпропилен	"		0,4
48. 2,3-Дихлорпропилен	"		0,4
49. Диэтиламин	"		2,0
50. Диэтилдикаприлатолово	"		0,01
51. Диэтилдихлоридолово	"		0,002
52. Диэтиленгликоль	"		1,0

	1	2	3
53.Диэтиловый эфир малеиновой кислоты	санитарно- -токсико- логический		1,0
54.Диэтилртуть	"		0,0001
55.Изокротонитрил	"		0,1
56.Изопропиламин	"		2,0
57.Индотолуидин	"		1,0
58.Кадмий ( $Cd^{2+}$ )	"		0,01
59.Кротонитрил	"		0,1
60.Кобальт ( $Co^{2+}$ )	"		1,0
61.2,5-Лутидин	"		0,05
62.м-Крезол	"		0,004
63.п-Крезол	"		0,004
64.Малонитрил малеи- новой кислоты	"		0,02
65.Метакриламид	"		0,1
66.Метанол	"		3,0
67.Метакриловая кислота	"		1,0
68.Метилацетат	"		0,1
69.Метилметакрилат	"		0,01
70.Метилметакриламид	"		0,1
71.Моноэтаноламин	"		0,5
72.Молибден ( $Mo^{6+}$ )	"		0,5
73.Монометиламин	"		1,0
74.Мышьяк ( $As^{3+}$ ) I	"		0,05
75.Натриевая соль п-хлор- бензосульфокислоты	"		2,0
76.β-Нафтол	"		0,4
77.Никель	"		0,1
78.Нитробензол	"		0,2
79.Нитраты (по азоту)	"		10,0
80.Нитрил акриловой кислоты	"		2,0
81.Нитропропан	"		1,0
82.м-Нитрофенол	"		0,06
83.о-Нитрофенол	"		0,06
84.п-Нитрофенол	"		0,02

	1	2	3
85. Нитроэтан	санитарно- -токсико- логический		1,0
86. Нитрохлорбензол	"		0,05
87. Нитроциклогексан	"		0,1
88. Нонилловый спирт	"		0,01
89. Полихлорбензойные кислоты (2 КФ)	"		5,0
90. Парафенилэдиамин (урсол)	"		0,1
91. Парахинондиоксид	"		0,1
92. Парахлорбензойная кислота	"		5,0
93. Пентанат	"		2,5
94. Пентаэритрит	"		0,1
95. Перхлорат аммония	"		5,0
96. $\alpha$ -Пиколин	"		0,05
97. Пиридин	"		0,2
98. Пиперидин	"		0,06
99. Полихлорпинен	"		0,2
100. Роданиды	"		0,1
101. Ртуть ( $Hg^{2+}$ ) 2	"		0,005
102. Сайфос	"		0,1
103. Свинец ( $Pb^{2+}$ )	"		0,1
104. Селен ( $Se^{6+}$ )	"		0,001
105. Силикат натрия (по $SiO_3$ )	"		50,0
106. Стронций (стаб. $Sr^{2+}$ )	"		2,0
107. Сукционитрил	"		0,2
108. Сурьма ( $Sb^{3+}$ )	"		0,05
109. Сульфиддибутилолово	"		0,02
110. Теллур ( $Te^{2+}$ )	"		0,01
111. Тетрахлорбензол	"		0,01
112. Тетраэтилолово	"		0,0002
113. Тетраэтилсвинец	"		отсутствие
114. Трикрезилфосфат	"		0,005
115. Трихлорбензойная кислота	"		1,0

I	1	2	3
I16. Трифторхлорпропан	санитарно-токсико-логический		0,1
I17. Триэтиламин	"		2,0
I18. Триэтиленгликольдинитрат	"		1,0
I19. Уротропин	"		0,5
I20. Ферроцианиды	"		1,25
I21. Фенилгидразин	"		0,01
I22. Формальдегид	"		0,05
I23. Фреон-12	"		10,0
I24. Фреон-22	"		10,0
I25. Фтор (F <sup>3-</sup> ) <sup>3</sup>	"		1,5
I26. Фуран	"		0,2
I27. м-Хлоранилин	"		0,2
I28. п-Хлоранилин	"		0,2
I29. Хлорамп	"		10,0
I30. Хлораль	"		0,2
I31. Хлорбензол	"		0,02
I32. Цианиды <sup>4</sup>	"		0,1
I33. Циклогексан	"		0,1
I34. Циклогексанол	"		0,5
I35. Циклогексанон	"		0,2
I36. Циклогексаноноксим	"		1,0
I37. Циклогексен	"		0,02
I38. Четыреххлористый углерод	"		0,3
I39. Эпихлоргидрин	"		0,01
I40. Этиленгликоль	"		1,0
I41. Этилмеркурхлорид	"		0,0001
I42. Аммиак (по азоту)	общесанитарный		2,0
I43. Атразин	"		0,5
I44. Ацетон	"		
I45. Бензойная кислота			

В пределах, допустимых расчетом на содержание органических веществ в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислорода

	1	2	3
I46.Бутилацетат		общесани- тарный	0,1
I47.Винилметиладипат		"	0,2
I48.Гексаметилендиамин- адипат (АГ-соль)		"	1,0
I49.Гексемид		"	0,1
I50.Диамид малоновой кислоты		"	1,0
I51.Дибутилфенилфосфат		"	В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I52.Дибутилфталат		"	0,2
I53.Дивиниладипат		"	0,2
I54.Диметилформамид		"	10,0
I55.Динитророданбензол		"	0,5
I56.Диоктилфталат		"	1,0
I57.Дифенилгуанидин		"	1,0
I58.Диспергатор НФ		"	В пределах допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I59.Дихлорфенилфосфат		"	
I60.ДЦУ (закрепитель)		"	
I61.Изобутилацетат		"	
I62.Изобутиловый спирт		"	1,0
I63.Карбозон-0		"	1,0
I64.Карбомол		"	В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I65.Карбомол ЦЭМ		"	
I66.Капролактан		"	1,0
I67.Краситель синий "З"		"	10,0
I68.Лудигол		"	В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов
I69.Масляная кислота		"	
I70.Молочная кислота		"	



I	!	2	!	3
I71. Муравьиная кислота		общесани- тарный		и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I72. Метилпропиолон		"		0,5
I73. Моногидроперекись-м- -дизопропилбензола		"		0,6
I74. Моногидроперекись п-дизопропилбензола		"		0,3
I75. Моноэтиловый эфир этиленгликоля		"		1,0
I76. Натриевая соль пропионовой кислоты		"		В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I77. Норсульфазол		"		1,0
I78. Препарат АМ		"		В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве- ществ в воде водоемов
I79. Пропиленгликоль		"		
I80. Синтетические жирные кислоты (C <sub>5</sub> - C <sub>20</sub> )		"		и по показателям БПК и растворенного кислоро- да
I81. Резорцин		"		0,1
I82. Сульфолон		"		0,1
I83. Солянокислый дифенилгуанидин		"		1,0
I84. Стрептоцид		"		0,5
I85. Сульгин		"		0,01
I86. Сульфиды <sup>5</sup>		"		отсутствие
I87. Сульфодимезин		"		1,0
I88. Терефталевая кислота		"		0,1
I89. Тетрагидрофуриловый спирт		"		0,5
I90. Титан (Ti <sup>4+</sup> )		"		0,1
I91. Тринитротолуол		"		0,5
I92. Трихлорацетат натрия		"		5,0
I93. Триэтиленгликоль		"		В пределах, допусти- мых расчетом на содер- жание органических ве-
I94. Уксусная кислота		"		

I	!	2	!	3
195. Фталевая кислота		общесани-		шесть в воде водоемов и по показателям БПК и растворенного кислоро-
		тарный		да
196. Хлор активный 6		"		0,5
197. Хромолан		"		отсутствие*
				В пределах, допусти-
				мых расчетом на содер-
				жание органических ве-
				ществ в воде водоемов
				и по показателям БПК и
				растворенного кислоро-
				да
198. Цинк ( $Zn^{2+}$ )		"		1,0
199. Авадекс		органолеп-		0,03
		тический		
200. Аллиловый спирт		"		0,1
201. Аллил хлористый		"		0,3
202. Алкомон ОС-20		"		0,5
203. Алдрин		"		0,002
204. Альтакс		"		отсутствие
205. Амины жирного ряда ( $C_7 - C_9$ )		"		0,1
206. Амины жирного ряда ( $C_{10} - C_{15}$ )		"		0,04
207. Амины жирного ряда ( $C_{16} - C_{20}$ )		"		0,03
208. о-Аминофенол		"		0,01
209. п-Аминофенол		"		0,05
210. Анилид салициловой кислоты		"		2,5
211. Ацетальдегид		"		0,2
212. Ацетонитрил		"		0,7
213. Ацетофос		"		0,03
214. Барий ( $Ba^{2+}$ )		"		4,0

\* Требование не относится к остаточному хлору, содержащемуся в обеззараженных сточных водах.

	1	2	3
215. Бензин	органолеп- тический		0,1
216. Бензоат калия	"		7,5
217. Бромтан (1,1,5-трихлор- -1,2-дибромпентен)	"		0,04
218. Бутадиен	"		0,05
219. Бутилакрилат	"		0,01
220. Бутилбензол	"		0,1
221. Бутилен	"		0,2
222. Бутиловый спирт	"		1,0
223. Бутиловый эфир метакриловой кислоты	"		0,02
224. Бутифос	"		0,0003
225. Винилсиликонат натрия (ГКЖ-12)	"		2,0
226. Выдавниватель А	"		0,3
227. Гексахлоран	"		0,02
228. Гексахлорбутадиен	"		0,01
229. Гексахлорбутан	"		0,01
230. Гексахлорциклопентадиен	"		0,001
231. Гексахлорэтан	"		0,01
232. Гидрохинон	"		0,2
233. Далапон	"		2,0
234. Дибутилмонотиофосфорный калий	"		0,1
235. Дибутилдитиофосфорный калий	"		27,0
236. Диизобутиламин	"		0,07
237. Диизопропилдитиофосфорный калий	"		0,02
238. Дикотекс	"		0,25
239. Диметилдитиофосфорная кислота	"		0,1
240. Диметилдихлорвинилфосфат (ДДФ)	"		1,0
241. Диметилсульфид	"		0,01
242. Диметилдисульфид	"		0,04

I	!	2	!	3
243. Диметилтерефталат		органолеп- тический		1,5
244. Диметилфенол		"		0,25
245. Динитробензол		"		0,5
246. Динитронафталин		"		1,0
247. Динитрохлорбензол		"		0,5
248. Дипропиламин		"		0,5
249. Дицианофосфат крезиловый		"		0,001
250. Диурон		"		1,0
251. Дифенилолпропан		"		0,01
252. 3,4-Дихлоранилин		"		0,05
253. 2,5-Дихлоранилин		"		0,05
254. о-Дихлорбензол		"		0,002
255. п-Дихлорбензол		"		0,002
256. Дихлорбутен		"		0,05
257. Дихлоргидрин		"		1,0
258. Дихлорметан		"		7,5
259. Дихлорфенол		"		0,002
260. Дихлорциклогексан		"		0,02
261. Дихлорэтан		"		2,0
262. Дициандиамид		"		10,0
263. Диэтаноламин		"		0,8
264. Диэтилдитиофосфорная кислота		"		0,2
265. Диэтилдитиофосфорный калий		"		0,5
266. Диэтилфенилмочевина (централит)		"		0,5
267. Диэтиловый эфир		"		0,3
268. ДДМ (закрепитель)		"		0,5
269. Железо ( $Fe^{3+}$ )		"		0,5
270. Изобутилен		"		0,5
271. Изопрен		"		0,005
272. Изопропилбензол		"		0,1
273. Изопропиловый спирт		"		0,25

1	!	2	!	3
274.Изопропилфенилкарбамат (ИФК)		органолеп- тический		0,2
275.Изопропилхлорфенил- карбамат (хлор ИФК)		"		1,0
276.Каптакс		"		отсутствие
277.Карбин		"		0,03
278.Карбофос		"		0,05
279.Керосин		"		0,1
280.Краситель коричневый б/м		"		0,8
281.Ксантогенат бутиловый		"		0,001
282.Ксилол		"		0,05
283.Малеиновая кислота		"		1,0
284.Медь (Cu <sup>2+</sup> )		"		1,0
β-Меркаптодиэтиламин		"		0,1
286.Меркаптофос		"		0,01
287.Метазин		"		0,3
288.Метафос		"		0,02
289.Метилакрилат		"		0,02
290.Метилацетофос		"		0,03
291.Метилбензоат		"		0,001
292.Метилдитиокарбамат (карбатион)		"		0,02
293.Метилнитрофос		"		0,25
294.Метилмеркаптан		"		0,0002
295.Метилселиконат на триа (ГКЖ-II)		"		2,0
296.Метилсистоц		"		0,01
α-Метилтирол		"		0,1
298.5-Метилрезорцин		"		1,0
299.Метилэтилкетон		"		1,0
300.Милон		"		0,01
301.Моноизобутиламин		"		0,04
302.Мононатриевая соль циануровой кислоты		"		25,0
303.Монопропиламин		"		0,5
304.Монохлоргидрин		"		0,7

	1	2	3
305. Моноэтиламин	органолеп- тический		0,5
306. Монурон	"		5,0
α-Монохлорпропионовая кислота	"		0,8
308. Морфолин	"		0,04
309. Натриевая соль монохлор- пропионовой кислоты	"		2,0
310. Натриевая соль трихлор- пропионовой кислоты	"		1,0
311. Натриевая соль дихлор- феноксисульфоновой кислоты (Na-2,4 Д)	"		1,0
312. Нафтенновые кислоты	"		0,3
α-Нафтол	"		0,1
314. Немагон (I-хлор-2,3-ди- бромпропан)	"		0,01
315. Нефть многосернистая	"		0,1
316. Нефть прочая	"		0,3
317. Нитрозофенол	"		0,5
318. Нитрометан	"		0,005
319. п-Нитрофениламиноэтанол (оксиамин)	"		0,5
320. п-Нитрофенилхлорметил- мавбиной (карбинол)	"		0,2
321. п-Нитрофенилацетиламино- этанол (оксиацетиламин)	"		1,0
322. Нитроформ	"		0,01
323. М-81 (с-диметил-S-этил- меркаптоэтилдифтиофосфат)	"		0,001
324. Октанол	"		0,05
325. Препарат ОС-20	"		0,1
326. Пентахлорбутан	"		0,02
327. Пентахлорпропан	"		0,03
328. Пентахлорфенол	"		0,3
329. Пентахлорфенолят натрия	"		5,0
330. Пикриновая кислота	"		0,5
331. Пирогаллол	"		0,1

I	!	2	!	3
332. Пирокаптехин		органолеп- тический		0,1
333. Полиметилгидросилоксан (ГКЖ-94М)		"		2,0
334. Полиметилдихлорфенил- силоксан (ХС-2-1)		"		10,0
335. Полиэтилгидросилоксан (ГКЖ-94)		"		10,0
336. Полиэтилсилоксан		"		10,0
337. Прометрин		"		3,0
338. Пропазин		"		1,0
339. Пропилбензол		"		0,2
340. Пропилен		"		0,5
341. Пропиловый спирт		"		0,25
342. Сапонин		"		0,2
343. Севин		"		0,1
344. Сероуглерод		"		1,0
345. Симазин (нерастворенный)		"		отсутствие
346. 2-оксипроизводное симазина (нерастворенное)		"		отсутствие
347. Скипидар		"		0,2
348. С теарокс-6		"		1,0
349. Стирол		"		0,1
350. Сульфенамид БТ		"		0,05
351. Сульфолан		"		0,5
352. Тетрагидрохинон		"		0,05
353. Тетранитрометан		"		0,5
354. Тетрахлоргелтан		"		0,0025
355. Тетрахлорнонан		"		0,003
356. Тетрахлорпентан		"		0,005
357. Тетрахлорпропан		"		0,01
358. Тетрахлорундекан		"		0,007
359. Тетрахлоретан		"		0,2
360. Тиозоль коричневый БС		"		0,5
361. Тиофен		"		2,0
362. Тиофос		"		0,003

I	!	2	!	3
363. Толуол		органолеп- тический		0,5
364. Тиурам Д		"		отсутствие
365. Тиурам Е		"		отсутствие
366. Трибутилфосфат		"		0,01
367. Триксилинилфосфат		"		0,05
368. Трихлорбензол		"		0,03
369. Трихлорметафос-3		"		0,4
370. Трихлорпентен		"		0,04
371. Трихлорпропан		"		0,07
372. Трихлорпропионовая кислота		"		0,01
373. Триэтаноламин		"		1,4
374. Трихлорэтилен		"		0,5
375. Трихлорфенол		"		0,004
376. Фенол (Карболовая кислота)		"		0,001
377. Фозалон		"		0,001
378. Фосбутил		"		0,03
379. Фосфамид (рогоп)		"		0,03
380. Фталофос		"		0,2
381. Фурфурол		"		1,0
382. Хлоранил		"		0,01
383. Хлорат натрия		"		20,0
384. Хлорнитрозоциклогексан		"		0,005
385. Хлоропрен		"		0,1
386. Хлорофос		"		0,05
387. Хлорселмаргоновая кислота		"		0,3
388. Хлорундекановая кислота		"		0,1
389. Хлорэнантовая кислота		"		0,05
390. Хлорэндиковый ангидрид		"		1,0
391. Хлорциклогексан		"		0,05
392. Хром (Cr <sup>6+</sup> )		"		0,1
393. Хром (Cr <sup>3+</sup> )		"		0,5
394. Целатокс		"		0,5



I	!	2	!	3
395. Циануровая кислота		органолеп- тический		6,0
396. Цинеб (цинковая соль этиленбис-дитиокарби- новой кислоты)		"		0,03
397. ЭДТК (этилен-бис-тио- карбамат аммония)		"		0,04
398. Эптам (S-этил N,N-ди- пропилиотиокарбамат)		"		0,1
399. Этилакрилат		"		0,005
400. Этилен		"		0,5
401. Этилбензол		"		0,01
402. Этилсиликонат натрия (ГКМ-10)		"		2,0
403. Эфирсульфонат		"		0,2
Поверхностно-активные вещества (ПАВ)				
404. Алкилбензосульфонаты (АБС)		"		0,5
405. Алкилсульфаты		"		0,5
406. Алкилсульфонаты		"		0,5
407. Динатриевая соль моно- алкилсульфоянтарной кислоты (ДНС)		"		0,5
Флотореагенты 8				
408. АНН-2		органолеп- тический		0,4
409. АПН		"		0,05
410. ОП-7		"		0,4
411. ОП-10		"		1,5
412. ОПС-Б		общесани- тарный		2,0
413. ОПС-М		санитарно- токсико- логический		0,5
414. Т-66		"		0,2
415. Гидролизованый бути- ловый „аэрофлот“		органолеп- тический		0,001

1	2	3
Флокулянты		
416.ВА-2 (полистирольный)	санитарно-токсикологический	0,5
417.ВА-2-Т (поливинил-толуольный)	"	0,5
418.ВА-102	"	2,0
419.ВА-212	"	2,0
420.Полиакриламид	"	2,0

1. Исключая органические соединения.
2. Для неорганических соединений.
3. Имеется в виду фтор также в соединениях.
4. Цианиды простые и комплексные (за исключением цианоферратов) в расчете на циан.
5. С учетом хлороподходящего режима для зимних условий.
6. С учетом хлоропоглощаемости воды.
7. Для пунктов водопользования, использующих водоемы в качестве источников хозяйственно-питьевого водоснабжения.
8. Флотореагенты, имеющие постоянный состав.

Примечание: При загрязнении воды водоемов, служащих для санитарно-бытового водопользования, комплексом веществ с одинаковыми лимитирующими показателями вредности: органолептическим (по запаху, привкусу, окраске), по влиянию на общий санитарный режим водоема (на процессы самоочищения от органического загрязнения), по санитарно-токсикологическому показателю - приведенные в таблице предельно допустимые концентрации для отдельных веществ должны приниматься с учетом следующего указания: при осуществлении предупредительного или текущего надзора необходимо руководствоваться п.21 настоящих "Правил".

Перечень предельно допустимых концентраций вредных веществ в воде водоемов санитарно-бытового водопользования № 347-70 от 28 апреля 1970 года считать утратившим силу.

Приложение к директивному письму  
 Минуглепрома СССР от 11.05.79  
 № Д-90  
 (Утверждено зам.министра здраво-  
 охранения СССР т.П.Н.Бурласовым  
 № 1842-78 от 17 апреля 1978 г.)

**ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ**  
 предельно допустимых концентраций вредных веществ  
 в воде водоемов санитарно-бытового водопользования

Наименование ингредиента	Лимитирующая показатель вредности	Предельно допустимая концентрация (мг/л)
1	2	3
1. 5,6-амино-2-пара-аминофенил-бенз-имидазол	Санитарно-токсикологический	1,0
2. 4-амино-3,5,6-трихлорпириколинная кислота	"	10,0
3. Ампициллин	"	0,02
4. Бензилпенициллин	"	0,02
5. Бензоксазолон	"	0,1
6. Гексахлораминопиколин (4-амино-3, 5, 6-трихлор-2-трихлорметилпиридин)	"	0,02
7. Гексахлорпириколин	"	0,02
8. Гептахлорпириколин	"	0,02
9. 7-гидроперфторэнантовая кислота	"	1,2
10. 4, 4'-диаминодифенилсульфон	"	1,0
11. I, I'-дигидроперфторгептиловый спирт	"	4,2
12. Дигидрохлоридпиколин	"	0,05
13. N, N'-диметил 2,2-дифенил ацетамид (дифенамид)	"	1,2
14. Динитродиазопента	"	0,02
15. 2-метил-4, 6-динитрофенол (ДНОК)	"	0,05
16. Металлилхлорид (3-хлор 2-метилпропен)	"	0,01

	1	2	3
17. 2-метил 4-хлорфеноксисукусная кислота (2М-4ХП)	Санитарно-токсикологический		2,0
18. Монопиколин (α-гидрохлорид)	"		0,05
19. Натриевая соль 4-амино-3,			
20. 5, 6-трихлорпиколиновой кислоты	"		10,0
21. Оксациллин	"		0,02
22. Пентахлораминопиколин	"		0,02
23. Перфторвалериановая кислота	"		0,75
24. Перфторгептаналь (гидрат)	"		0,5
25. Перфторэнантовая кислота	"		1,4
26. Поли-(1, 2-диметил-5 винил-пиридиний) метилсульфат (флокулянт ППС)	"		4,0
27. Полиэтиленполиамин	"		0,005
28. Свинец	"		0,03
29. Тيومочевина	"		0,03
30. Хлористый литий (Li)	"		0,03
31. 6-хлорметил 6-хлорбензоксазолон	"		0,4
32. Хлористый бензил	"		0,001
33. Хлористый бутил	"		0,004
34. Хлорхолинхлорид	"		0,2
35. У-ацетопропиловый спирт	Общесанитарный		5,0
36. Динизопропилгауанидин	"		1,0
37. Динизопропилгауанидин солянокислый	"		1,0
38. Дифенилуксусная кислота	"		0,5
39. Метилловый эфир феноксиуксусной кислоты	"		0,5
40. Мочевина	"		В пределах допустимых расчетов на содержание органических веществ и по показателям БПК и растворенного кислорода
41. Тетрахлортерефталевая кислота	"		10,0

	I	!	2	!	3
41. Тиосульфат натрия (гипосульфит натрия)			Общесани- тарный		2,5
42. Хлорангидрид дифенилуксусной кислоты			"		0,1
43. Циклогексилмочевина			"		3,0
44. Этилциклогексилламин			"		0,5
45. Аллилмеркаптан			Органолеп- тический		0,0002
46. Бутилнитрит			"		0,05
47. Дибутилнафталинсульфонокислый натрий (некаль)			"		0,5
48. I, I-дигидроперфторгептил-акрилат			"		1,0
49. O, O-диметил- $\beta$ -2 (I-N-метил-карбамоилэтилмеркапто) этилтиофосфат (кильваль)			"		0,3
50. N-N-N-диметил-хлор-фенилгуанидин (ФДН)			"		0,003
51. Динобутолизопропил-2 (I-метил-N-пропил)-4, 6-динитрофенилкарбонат (анрекс)			"		0,2
52. Диэтилендиамин (пиперазин)			"		9,0
53. O, O-диэтил-O-(2-изопропил-4-метил-пиримидил-6) тиофосфат (базудин)			"		0,3
54. O, O-диэтилтиофосфорил-2-цианбензол (фоксим)			"		1,0
55. Каптакс			"		5,0
56. 3-метил-4-метилмеркаптофенол			"		0,01
57. 2-(I-метилпропил)-4, 6-динитрофенол (диносеб)			"		0,1
58. Метилсерноокислый натрий			"		0,1
59. Монобутиламин			"		4,0
60. N-нитрозодифениламин (дифенилнитрозамин)			"		0,1
61. (4-окси 2-метилфенил) диметилсульфоний хлорид			"		0,007
62. Оксихлорид алюминия			"		1,5
63. Оксимцианбензальдегида натриевая соль			"		0,03
64. M-трифторметилфенилмочевина			"		0,03

	I	!	2	!	3
65. 2, 4, 5-трихлоранилин		Органолеп- тический			1,0
66. Трихлорбензоксазолин-2 (трилан технический)		"			1,0
67. 6-хлорбензоксазолон		"			0,2
68. 0-2-хлор-4-метил-фенил- N-изо- пропил-амидохлор-метил-тиофос- фонат (изофос-3)		"			0,4
69. 4-хлорфенил-2,4,5-трихлорфени- лазосульфид		"			0,2
70. Цианистый бензил		"			0,03
Неионогенные поверхностно-активные вещества (НПАВ)					
71. Алкилфенол сланцевый		Органолеп- тический			0,1
72. Оксанол-Л-7					0,1
73. Оксанол КШ-9					0,1
74. ОП-7		Органолеп- тический			0,1
75. ОП-10		"			0,1
76. Проксамин-385		"			0,1
77. Проксанол 186		"			0,1
78. Син-тамид 5		"			0,1
79. Синтанол ВН-7		"			0,1
80. Синтанол ВТ-15		"			0,1
81. Синтанол ДС-10		"			0,1
82. Синтанол ДТ-7		"			0,1
83. Синтанол МЦ-10		"			0,1

Общие требования к составу и свойствам воды водных объектов, используемых для рыбохозяйственных целей

("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами". Утверждены Министерством мелиорации и водного хозяйства СССР, Министерством здравоохранения СССР, Министерством рыбного хозяйства СССР 19.05.74 № 1166)

Показатели состава и свойств воды водоема или водотока	Категория водопользования Водные объекты, используемые для сохранения и воспроизводства ценных видов рыб, обладающих высокой чувствительностью к кислороду	Водные объекты, используемые для всех других рыбохозяйственных целей
I	2	3

Взвешенные вещества

Содержание взвешенных веществ, по сравнению с природными, не должно увеличиваться более чем на:

0,25 мг/л

0,75 мг/л

Для водоемов, содержащих в межень более 30 мг/л природных минеральных веществ, допускается увеличение содержания их в воде водоемов в пределах 5%.

Взвеси со скоростью выпадения более 0,4 мм/сек для проточных водоемов и более 0,2 мм/сек для водохранилищ к спуску запрещаются.

Плавающие примеси (вещества)

На поверхности не должны обнаруживаться пленки нефтепродуктов, масел, жиров и других примесей.

Окраска, запахи и привкусы

Вода не должна приобретать посторонних запахов, привкусок и окраски и сообщать их мясу рыб.

I	I	2	I	3			
Температура	Температура воды не должна повышаться по сравнению с естественной температурой водоема более чем на 5°C с общим повышением температуры не более чем до 20°C летом и 5°C зимой для водоемов, в которых обитают холодноводные рыбы, (лососевые и сиговые) и более, чем до 28°C летом и 8°C зимой для остальных водоемов. На местах нерестилищ налим запрещается повышать температуру воды зимой более чем до 2°C.						
Реакция	Не должна выходить за пределы 6,5-8,5 рН						
Растворенный кислород	<p>В зимний (подледный) период не должен быть ниже:</p> <table style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td style="text-align: center;">6,0 мг/л</td> <td style="border-left: 1px solid black; border-right: 1px solid black; padding: 0 5px;"> </td> <td style="text-align: center;">4,0 мг/л</td> </tr> </table> <p>В летний (открытый) период во всех водоемах должен быть не ниже 6 мг/л в пробе, отобранной до 12 часов дня.</p>				6,0 мг/л		4,0 мг/л
6,0 мг/л		4,0 мг/л					
Биохимическая потребность в кислороде	<p>Полная потребность воды в кислороде (при 20°C) не должна превышать</p> <table style="margin-left: auto; margin-right: auto;"> <tr> <td style="text-align: center;">3,0 мг/л</td> <td style="border-left: 1px solid black; border-right: 1px solid black; padding: 0 5px;"> </td> <td style="text-align: center;">3,0 мг/л</td> </tr> </table> <p>Если в зимний период содержание растворенного кислорода в воде первого вида водопользования снижается до 6,0 мг/л, а в водоемах второго вида до 4,0 мг/л, то можно допустить сброс в них только тех сточных вод, которые не изменяют БПК воды.</p>				3,0 мг/л		3,0 мг/л
3,0 мг/л		3,0 мг/л					
Ядовитые вещества	Не должны содержаться в концентрациях, могущих оказать прямо или косвенно вредное воздействие на рыб и водные организмы, служащие кормовой базой для рыб.						



## П Е Р Е Ч Е Н Ь

предельно допустимых концентраций вредных веществ в воде  
водных объектов, используемых для рыбохозяйственных целей

Наименование ингредиентов	Лимитиру- ющий пока- затель	Предельно допустимая концентрация (мг/л)
1	2	3
1. Аммиак	токсико- логический	0,05
2. Бензол	"	0,5
3. Борная кислота	"	0,1 <sup>3+</sup> (0,017В)
4. Гексахлоран	"	отсутствие
5. ДДТ технический	"	отсутствие
6. ДДТ в соляровом масле	"	отсутствие
7. ДНС (динатриевая соль моноалкил- сульфоянтарной кислоты на основе вторичных спиртов и малеинового ангидрида)	"	0,2
8. Диссольван 44II	"	0,9
9. Кадмий (Cd <sup>2+</sup> )	"	0,005
10. Кобальт (Co <sup>2+</sup> )	"	0,01
11. Лак битумный	"	5,0
12. Лак пекосмоляный	"	1,0
13. Масло соляровое	"	0,01
14. Магний (Mg <sup>2+</sup> )	"	50,0
15. Медь (Cu <sup>2+</sup> )	"	0,01
16. Мышьяк	"	0,05
17. МЛ-6 мощный препарат (смесь сульфо- ната, сульфонола, ДБ уайт-спирита)	"	0,5
18. Натриевая соль пентахлорфенолята аминоканифоли	"	0,01
19. Никель (Ni <sup>2+</sup> )	"	0,01
20. ОЖК (окислированные жирные кислоты)	"	3,9
21. ОП-7	"	0,3
22. ОП-10	"	0,5
23. Пирор-400	"	0,005
24. Поливинилацетатная эмульсия	"	0,3
25. Проксамин 385	"	7,5

	1	2	3
26. Петролатум	токсико- логический		6,5
27. Полихлорпинен	"		отсутствие
28. Свинец ( $Pb^{2+}$ )	"		0,1
29. Сероуглерод	"		1,0
30. Смолистые вещества, вымытые из ухвойных пород древесины	"		ниже 2,0
31. Сульфонат на керосиновой основе (натриевая соль алкилсульфокислот)	"		0,5
32. Сульфонат на синтине (натриевая соль алкилсульфокислот)	"		1,0
33. Сульфонол НП-5 (натриевая соль алкилсульфокислот с алкильными остатками)	"		0,5
34. Сульфонол хлорный	"		0,1
35. Сульфонол НП-1	"		0,2
36. Сульфонол НП-3	"		0,1
37. Таниды	"		ниже 10,0
38. Тетраборат натрия	"		0,05 (0,017 $B^{3+}$ )
39. Хлор свободный ( $Cl^-$ )	"		отсутствие ж
40. Цинк ( $Zn^{2+}$ )	"		0,01
41. Цианиды	"		0,05
42. Хлорид аммония ( $NH_4^+$ )	"		1,2
43. Сульфат аммония ( $NH_4^+$ )	"		1,0
44. Нитрат аммония ( $NH_4^+$ )	"		0,5
45. Перхлорат аммония ( $NH_4^+$ )	"		0,008
46. Хлорацетат аминоканифоли	"		0,001
47. Хлорофос и его производные, токсичные продукты распада	"		отсутствие
48. Формалин			0,25 (0,1 мг/л формальдегида)
49. Алкилсульфонат	санитарно- токсиколо- гический		0,5
50. Алкилсульфат первичный	"		0,2
51. ДНС - на основе вторичных спиртов из вторых неомыляемых (паста)	органолеп- тический		0,2
52. "ДБ"-препарат (полигликолевые эфиры)	"		0,3

	I	!	2	!	3
53. Закрепитель ДЦМ (смесь продукта конденсации дициандиамина и формальдегида с добавкой 10% кристаллического ацетата меди)				органолеп- тический	0,5
54. Карбомол				"	1,0
55. Метазин				"	1,0
56. Сульфоспирты из 2 неомыляемых				"	0,1
57. Хромолан				"	0,5
58. Дипроксамин I57				"	3,2
59. ННК (нейтрализованный черный контакт)				"	0,01
60. Ксилол				"	0,05
61. Препарат АМ				"	1,0
62. Стирол				"	0,1
63. Толуол				"	0,5
64. Проксанол 305				"	6,3
65. Латекс синтетический				рыбохозяй- ственный	1,6
66. Нефть и нефтепродукты в растворенном и эмульгированном состоянии				"	0,05
67. Фенолы				"	0,001
68. Энтобактерин				общесани- тарный	10,0

Примечание: Предельно допустимые концентрации указанных веществ относятся к воде как речных, так и морских рыбохозяйственных водоемов.

\* В пределах наиболее чувствительного метода исследования.

ГлаврыбводоМ Министерства рыбного хозяйства СССР выпущен дополнительный перечень предельно допустимых концентраций вредных веществ для воды рыбохозяйственных водоемов к приложению 3 Правил охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами.

Ниже приводится копия текста дополнения.

УТВЕРЖДАЮ

Зам.начальника Главрыбвода

Е.Н.Огнев

"24" июнь 1973 г. № 30-1-11

ДОПОЛНИТЕЛЬНЫЙ ПЕРЕЧЕНЬ

предельно допустимых концентраций вредных веществ для воды рыбохозяйственных водоемов к приложению № 3 Правил охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами, утвержденных 16/У-1974 г.

Наименование веществ	Лимитирующей показатель	ПДК, мг/л
1	2	3
I. Анилин	токсикологический	0,0001
2. Анилин соляно-кислый	"	0,1
3. Атразин	"	0,005
4. Ацетанилид	"	0,004
5. Бутиловый спирт	"	0,03
6. ДДВФ (диметилдихлорвинилфосфат)	"	отсутствие
7. Диурон	"	0,0015
8. ИКБ-4 с ОП-7	"	0,02
9. Карбофос (0,0-диметилдикарбэтоксисэтил) дитиофосфат	"	отсутствие
10. Кальциевая соль диметилдитиокарбаминовой кислоты (Са-соль ДМДТ)	"	отсутствие
11. Ксантогенат бутиловый натриевый	"	0,03
12. Метилнитрофос, сумитион	"	отсутствие
13. Мочевино-формальдегидная смола МФ-17	"	1,5
14. Нафталин	"	0,004

I	!	2	!	3
15. Нитрит-иона ( $\text{NO}_2^-$ )	токсиколо- гический	(0,02		0,08 мг/л)
16. 0-крезол	"			0,003
17. Пиридин	"			0,01
18. Пирор-70	"			0,005
19. Полиэтиленимин	"			0,001
20. Резорцин	"			0,004
21. Фозалон (0,0-диэтил-S-(6-хлор- бензоксазолил 3-метил)-дитио- фосфат)	"			отсутствие
22. Четвертичная аммониевая соль полигликолиевых эфиров (вырав- нитель А)	"			0,1
23. Этиодихлорсилен (основной ком- понент ГЖ-94)	"			отсутствие
24. Закрепитель ДДУ	санитарно- токсиколо- гический			0,5
25. Калий (катион)	"			50,0
26. Кальций (катион)	"			180,0
27. Магний (катион)	"			40,0
28. Метанол	"			0,1
29. Моноэтаноламин	"			0,1
30. Мочевина	"			80,0 (37,3 мг/л)
31. Натрий (катион)	"			120,0
32. Нитрат-иона ( $\text{NO}_3^-$ )	"			40,0 (9,1 мг/л)
33. Сульфаты (анион)	"			100,0
34. Хлориды (анион)	"			300,0
35. Боверин	санитарный			10,0
36. Экзотоксин	"			4,0

**П Е Р Е Ч Е Н Ь**  
**приборов, оборудования и лабораторной посуды для**  
**анализа сточных вод и воды водоемов**

Наименование	Тип, марка	Количество	ж
1	2	3	
Весы лабораторные аналитические	ВЛР 200/01	2 шт.	
Весы лабораторные технические	ВЛТК-500	2 "	
Комплекты гирь 2 класса	Г-2-2Ю	3 "	
Комплекты гирь 3 класса	Г-3-IIIЮ	3 "	
pH-метры лабораторные	ЭВ-74	2 "	
Колориметры-нефелометры фотоэлектрические	ФЭК-56М; ФЭК-60	2 "	
Фотометр пламенный	ПФМ	1 "	
Флуориметр	ФАС-М, ЭФ-ЗМА	1 "	
Аппарат для дистилляции воды	АД-Ю; Д-4(М737)	1 "	
Шкафы сушильные электрические общелабораторного назначения	2В-151; ШС-40М СНОЛ-2,5.2,5.2,5/2М2У4.2	2 "	
Термостат водяной	УТ-15	1 "	
Электропечь муфельная	СНОЛ-1,6.2,5.1/IIИИУ4.2	1 "	
Электроплитки бытовые		5 "	
Бани водяные электрические		5 "	
Бани лабораторные комбинированные	БКЛ	3 "	
Бани песочные электрические		2 "	
Мешалки магнитные	ММ-3М	2 "	
Аппарат для встряхивания жидкости в лабораторной посуде	АВУ-1; АВУ-6П	1 "	

\* Приведено минимальное количество лабораторного оборудования и посуды.

1	2	3
Центрифуга лабор. торная	ЦЛС-3	1 шт.
Установка компрессорная для оснащения лаборатории источником сжатого воздуха	УК-2,5/1,6	1 "
Холодильник бытовой		1 "
Вентилятор комнатный		1 "
Установка фильтровальная лабораторная	39ФТ-Б1	1 "
Термометры термоэлектрические		
- платинородий (10% Rh) -	ТПП градуировка ПП	1 "
- платина		
- хромель-алюмель	ТХА-0806 градуировка ХА	2 "
Секундомеры	СОСпр25-2	3 "
Часы песочные настольные (набор)	ЧПН-2; ЧПН-3; ЧПН-5; ЧПН-10	3 "
Барометр	ГР-15; ГР-16М	1 "
Штативы лабораторные	ШЛ; ШЛ6; ШХЛ	10 "
Штативы для установки пробирок	ШП	4 "
Щипцы тигельные	ЩТ	2 "
Зажимы для резиновых трубок:		
пружинные (Мора)	3а; 3Пр	10 "
винтовые	3а; 3ДВ;	10 "
Пинцет		3 "
Набор сверл пробочных	НСП	1 "
Нож для точки сверл	НТС	1 "
Сетки асбестометаллические для нагревания лабораторной посуды на открытом огне	№ 1; № 2; № 3	5 "
Анализатор ситевой вибрационный	236-Б-Гр	1 "
Трубки резиновые кислото-щелочестойкие, медицинские	d <sub>вн.</sub> 5 ± 20 мм	20 кг
Пробки резиновые	№№ 12,5 ± 60	3 "
Пробки корковые	№№ 6 ± 40	1 "
Пробки полиэтиленовые		1 "

1	2	3
Фильтры бумажные	ФОБ, ФОС, ФОМ	30 пачек
Бумага фильтровальная	АФБ-1к, Ф0	10 кг
фильтры мембранные	№ 3, № 5	2 тыс.
Вата стеклянная		0,2 кг
Аптечка первой помощи		1 компл.
Перчатки резиновые		10 пар
Очки защитные		4 пары
Банки полиэтиленовые для проб воды, вместимость в мл:		
500		50 шт.
1000		50 "
2000		80 "
Склянки для реактивов с притертыми пробками, вместимость в мл:		
500		50 "
1000		100 "
2000		50 "
Колбы мерные с одной меткой с пришлифованной пробкой, вместимость в мл:	I а	
25		30 "
50		30 "
100		50 "
200		20 "
250		20 "
500		10 "
1000		10 "
2000		5 "
Цилиндры измерительные с носиком, вместимость в мл:		
25		5 "
50		10 "
100		10 "
250		5 "
500		3 "
1000		5 "
Мензурки с носиком, вместимость в мл:		
50		5 "
100		10 "
250		5 "
500		10 "



I	!	2	!	3
Кружки фарфоровые с носиком и ручкой, вместимость в мл:	500 1000			3 шт. 3 "
Цилиндры для ареометров		II III IV		3 " 3 " 3 "
Микробюретки, вместимость в мл:	2 5			3 " 3 "
Бюретки, вместимость в мл:	25 50 100			20 " 10 " 3 "
Пипетки без деления с одной отметкой, вместимость в мл:	5 10 25 50 100			20 " 20 " 20 " 20 " 20 "
Пипетки с делениями, вместимость в мл:	1 2 5 10			20 " 20 " 20 " 20 "
Колбы конические с конусным шлифом		КНКШ 100-29 КНКШ 250-29 КНКШ 500-29 КНКШ 750-29		20 " 20 " 10 " 10 "
Колбы конические		КН-50 КН-100 КН-250 КН-500 КН-750 КН-1000 КН-2000	Тип стекла ТУ	10 " 20 " 100 " 50 " 20 " 20 " 10 "
Колбы плоскодонные		П-50 П-100 П-250 П-500 П-1000 П-4000 П-6000	Тип стекла ТУ	10 " 10 " 30 " 20 " 20 " 5 " 5 "

	1	2	3	шт.
		КПШ 250-29	10	"
		КПШ 500-29	10	"
		КПШ 500-45	10	"
Стаканы высокие и низкие		ВН-50	20	"
		ВН-100	10	"
		ВН-250	20	"
		ВН-400	50	"
		ВН-600	20	"
		НН-100	10	"
		НН-250	20	"
		НН-400	20	"
		НН-600	10	"
		НН-1000	10	"
Колбы для перегонки круглодонные		КП-100	5	"
		КП-250	5	"
		КП-500	5	"
		КП-1000	10	"
Насадки Кьельдаля			10	"
Колбы для фильтрования под вакуумом с тубусом, емкость в мл:				
	250		5	"
	500		5	"
	1000		5	"
Стаканы высокие и низкие для взвешивания (бюксы)		СН-35/30	20	"
		СН-50/30	100	"
		СВ-25/35	50	"
		СВ-40/60	50	"
Капельницы для однократ- ной дозировки с колпачком		П-25	10	"
		П-50	10	"
Склянки с внутренней пере- городкой для жидких промы- вателей (Тищенко)		СПЖ	2	"
Воронки конусообразные с коротким стеблем, диаметр в мм		Ia		
	35		20	"
	56		30	"
	75		20	"
	100		20	"
	150		10	"
Воронки делительные ци- линдрические, емкость в мл:		УШ		
	100		10	"
	250		10	"
	500		10	"
	1000		10	"

	1	!	2	!	3
Воронки делительные грушевидные, вместимость в мл:	500			20	шт.
	1000			20	"
	2000			10	"
Воронки Бюхнера для фильтрации под вакуумом	№ 2			2	"
	№ 3			2	"
	№ 4			2	"
Эксикаторы с краном		ЭВ-190		4	"
		ЭВ-250		5	"
Вставки для эксикаторов					
№ 3 d - 175 мм				4	"
№ 4 d - 230 мм				5	"
Чаши выпаривательные фарфоровые, вместимость в мл:					
№ 1 - 25				10	"
№ 2 - 50				20	"
№ 3 - 100				20	"
№ 4 - 150				10	"
Чашки кристаллизационные					
180 x 60				1	"
240 x 75				2	"
350 x 100				2	"
Сосуды толстостенные цилиндрические		СЦ-1		2	"
		СЦ-2		4	"
		СЦ-3		2	"
		СЦ-5		5	"
		СЦ-10		5	"
Тигли низкие, вместимость в мл:		ТКПН			
№ 3 - 1				20	"
№ 4 - 25				60	"
№ 5 - 50				20	"
Ступки фарфоровые					
№ 3 d 86 мм				2	"
№ 4 d 110 мм				2	"
№ 5 d 140 мм				2	"
Пестики	№ 3			2	"
	№ 4			2	"
	№ 5			2	"
Ступка агатовая или яшмовая	№ 4 d 80 мм		ТУ 25-07-1100-75	1	"
Насосы водоструйные стеклянные, габариты 240x28 мм				5	"

I	!	2	!	3
Трубки соединительные Т-образные	ТСТ-6 ТСТ-15		5	шт.
Трубки соединительные И-образные	ТСУ-6 ТСУ-10		5	"
Краны трехходовые	КЗХА-2,5 КЗХА-4		5	"
Краны одноходовые	КИХА-4 КИХА-6		5	"
Трубки хлоркальциевые	ТХ-П25		10	"
Трубки стеклянные цилиндрические разных диаметров			10	кг
Холодильники с прямой трубкой со шлифом	ХПТ-КШ-300 ХПТ-КШ-400		5	шт.
Холодильники шариковые со шлифом	ХШ-КШ-6		10	"
Каплеуловители с отводной трубкой	ОТ-60КШ		10	"
Пробирки химические	ПХ-14 ПХ-16		50	"
Пробирки градуированные со шлифом и пробкой, вместимость в мл:	10 20	ПГКШ КШ14	20	"
Палочки стеклянные (дрот глухой)	ДТ		3	кг
Стеклянные часовые			5	шт.
Шпатели двойные фарфоровые	№ 1 № 2 № 3		3	"
Спиртовка лабораторная	СЛ		3	"
Ареометры стеклянные общего назначения (набор)	А		2	"
Вискозиметры капиллярные стеклянные, $d_{вн}$ капилляра 0,86 мм	ВВЖ-1		1	набор
Термометры химические шкальные	№ 1 № 2 № 3 № 4 № 5	ТЛ-2	3	шт.
			2	"
			8	"
			3	"
			2	"

I	!	2	!	3
Термометры технические		П-1		
№ 4				3 шт.
№ 5				5 "
№ 6				3 "
№ 8				3 "

## I. ТАБЛИЦЫ ПЕРЕСЧЕТА МИЛЛИГРАММОВ НА МИЛЛИГРАММ-ЭКВИВАЛЕНТЫ

Na<sup>+</sup>(эквивалентная масса 22,9898), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,004	0,009	0,013	0,017	0,022	0,026	0,030	0,035	0,039
1	0,043	0,048	0,052	0,057	0,061	0,065	0,070	0,074	0,078	0,083
2	0,087	0,091	0,096	0,100	0,104	0,109	0,113	0,117	0,122	0,126
3	0,130	0,135	0,139	0,144	0,148	0,152	0,157	0,161	0,165	0,170
4	0,174	0,178	0,183	0,187	0,191	0,196	0,200	0,204	0,209	0,213
5	0,217	0,222	0,226	0,231	0,235	0,239	0,244	0,248	0,252	0,257
6	0,261	0,265	0,270	0,274	0,278	0,283	0,287	0,291	0,296	0,300
7	0,304	0,309	0,313	0,318	0,322	0,326	0,331	0,335	0,339	0,344
8	0,348	0,352	0,357	0,361	0,365	0,370	0,374	0,378	0,383	0,387
9	0,391	0,396	0,400	0,405	0,409	0,413	0,418	0,422	0,426	0,431
10	0,435	0,439	0,444	0,448	0,452	0,457	0,461	0,465	0,470	0,474
11	0,478	0,483	0,487	0,492	0,496	0,500	0,505	0,509	0,513	0,518
12	0,522	0,526	0,531	0,535	0,539	0,544	0,548	0,552	0,557	0,561
13	0,565	0,570	0,574	0,579	0,583	0,587	0,592	0,596	0,600	0,605
14	0,609	0,613	0,618	0,622	0,626	0,631	0,635	0,639	0,644	0,648
15	0,652	0,657	0,661	0,666	0,670	0,674	0,679	0,683	0,687	0,692
16	0,696	0,700	0,705	0,709	0,713	0,718	0,722	0,726	0,731	0,735
17	0,739	0,744	0,748	0,753	0,757	0,761	0,766	0,770	0,774	0,779
18	0,783	0,787	0,792	0,796	0,800	0,805	0,809	0,813	0,818	0,822
19	0,826	0,831	0,835	0,840	0,844	0,848	0,853	0,857	0,861	0,866
20	0,870	0,874	0,879	0,883	0,887	0,892	0,896	0,900	0,905	0,909
21	0,913	0,918	0,922	0,926	0,931	0,935	0,940	0,944	0,948	0,953
22	0,957	0,961	0,966	0,970	0,974	0,979	0,983	0,987	0,992	0,996
23	1,000	1,005	1,009	1,013	1,018	1,022	1,027	1,031	1,035	1,040
24	1,044	1,048	1,053	1,057	1,061	1,066	1,070	1,074	1,079	1,083
25	1,087	1,092	1,096	1,100	1,105	1,109	1,114	1,118	1,122	1,127
26	1,131	1,135	1,140	1,144	1,148	1,153	1,157	1,161	1,166	1,170
27	1,174	1,179	1,183	1,187	1,192	1,196	1,201	1,205	1,209	1,214
28	1,218	1,222	1,227	1,231	1,235	1,240	1,244	1,248	1,253	1,257
29	1,261	1,266	1,270	1,274	1,279	1,283	1,288	1,292	1,296	1,301
30	1,305	1,309	1,314	1,318	1,322	1,327	1,331	1,335	1,340	1,344
31	1,348	1,353	1,357	1,361	1,366	1,370	1,375	1,379	1,383	1,388
32	1,392	1,396	1,401	1,405	1,409	1,414	1,418	1,422	1,427	1,431
33	1,435	1,440	1,444	1,448	1,453	1,457	1,462	1,466	1,470	1,475
34	1,479	1,483	1,488	1,492	1,496	1,501	1,505	1,509	1,514	1,518
35	1,522	1,527	1,531	1,535	1,540	1,544	1,549	1,553	1,557	1,562
36	1,566	1,570	1,575	1,579	1,583	1,588	1,592	1,596	1,601	1,605
37	1,609	1,614	1,618	1,622	1,627	1,631	1,636	1,640	1,644	1,649
38	1,653	1,657	1,662	1,666	1,670	1,675	1,679	1,683	1,688	1,692
39	1,696	1,701	1,705	1,709	1,714	1,718	1,723	1,727	1,731	1,736
40	1,740	1,744	1,748	1,753	1,757	1,762	1,766	1,770	1,775	1,779
41	1,783	1,788	1,792	1,796	1,801	1,805	1,809	1,814	1,818	1,823
42	1,827	1,831	1,835	1,840	1,844	1,849	1,853	1,857	1,862	1,866
43	1,870	1,875	1,879	1,883	1,888	1,892	1,896	1,901	1,905	1,909
44	1,914	1,918	1,923	1,927	1,931	1,936	1,940	1,944	1,949	1,953
45	1,957	1,962	1,966	1,970	1,975	1,979	1,983	1,988	1,992	1,997
46	2,001	2,005	2,010	2,014	2,018	2,023	2,027	2,031	2,036	2,040
47	2,044	2,049	2,053	2,057	2,062	2,066	2,070	2,075	2,079	2,084
48	2,088	2,092	2,097	2,101	2,105	2,110	2,114	2,118	2,123	2,127
49	2,131	2,136	2,140	2,144	2,149	2,153	2,157	2,162	2,166	2,171

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	2,175	2,179	2,184	2,188	2,192	2,197	2,201	2,205	2,210	2,214
51	2,218	2,223	2,227	2,231	2,236	2,240	2,244	2,249	2,253	2,258
52	2,262	2,266	2,271	2,275	2,279	2,284	2,288	2,292	2,297	2,301
53	2,305	2,310	2,314	2,318	2,323	2,327	2,331	2,336	2,340	2,345
54	2,349	2,353	2,358	2,362	2,366	2,371	2,375	2,379	2,384	2,388
55	2,392	2,397	2,401	2,405	2,410	2,414	2,418	2,423	2,427	2,432
56	2,436	2,440	2,445	2,449	2,453	2,458	2,462	2,466	2,471	2,475
57	2,479	2,484	2,488	2,492	2,497	2,501	2,505	2,510	2,514	2,519
58	2,523	2,527	2,532	2,536	2,540	2,545	2,549	2,553	2,558	2,562
59	2,566	2,571	2,575	2,579	2,584	2,588	2,592	2,597	2,601	2,606
60	2,610	2,614	2,619	2,623	2,627	2,632	2,636	2,640	2,645	2,649
61	2,653	2,658	2,662	2,666	2,671	2,675	2,679	2,684	2,688	2,692
62	2,697	2,701	2,706	2,710	2,714	2,719	2,723	2,727	2,732	2,736
63	2,740	2,745	2,749	2,753	2,758	2,762	2,766	2,771	2,775	2,779
64	2,784	2,788	2,793	2,797	2,801	2,806	2,810	2,814	2,819	2,823
65	2,827	2,832	2,836	2,840	2,845	2,849	2,853	2,858	2,862	2,866
66	2,871	2,875	2,880	2,884	2,888	2,893	2,897	2,901	2,906	2,910
67	2,914	2,919	2,923	2,927	2,932	2,936	2,940	2,945	2,949	2,953
68	2,958	2,962	2,967	2,971	2,975	2,980	2,984	2,988	2,993	2,997
69	3,001	3,006	3,010	3,014	3,019	3,023	3,027	3,032	3,036	3,040
70	3,045	3,049	3,054	3,058	3,062	3,067	3,071	3,075	3,080	3,084
71	3,088	3,093	3,097	3,101	3,106	3,110	3,114	3,119	3,123	3,127
72	3,132	3,136	3,141	3,145	3,149	3,154	3,158	3,162	3,167	3,171
73	3,175	3,180	3,184	3,188	3,193	3,197	3,201	3,206	3,210	3,214
74	3,219	3,223	3,228	3,232	3,236	3,241	3,245	3,249	3,254	3,258
75	3,262	3,267	3,271	3,275	3,280	3,284	3,288	3,293	3,297	3,301
76	3,306	3,310	3,315	3,319	3,323	3,328	3,332	3,336	3,341	3,345
77	3,349	3,354	3,358	3,362	3,367	3,371	3,375	3,380	3,384	3,388
78	3,393	3,397	3,402	3,406	3,410	3,415	3,419	3,423	3,428	3,432
79	3,436	3,441	3,445	3,449	3,454	3,458	3,462	3,467	3,471	3,475
80	3,480	3,484	3,489	3,493	3,497	3,502	3,506	3,510	3,515	3,519
81	3,523	3,528	3,532	3,536	3,541	3,545	3,549	3,554	3,558	3,562
82	3,567	3,571	3,575	3,580	3,584	3,589	3,593	3,597	3,602	3,606
83	3,610	3,615	3,619	3,623	3,628	3,632	3,636	3,641	3,645	3,649
84	3,654	3,658	3,662	3,667	3,671	3,676	3,680	3,684	3,689	3,693
85	3,697	3,702	3,706	3,710	3,715	3,719	3,723	3,728	3,732	3,736
86	3,741	3,745	3,749	3,754	3,758	3,763	3,767	3,771	3,776	3,780
87	3,784	3,789	3,793	3,797	3,802	3,806	3,810	3,815	3,819	3,823
88	3,828	3,832	3,836	3,841	3,845	3,850	3,854	3,858	3,863	3,867
89	3,871	3,876	3,880	3,884	3,889	3,893	3,897	3,902	3,906	3,910
90	3,915	3,919	3,923	3,928	3,932	3,937	3,941	3,945	3,950	3,954
91	3,958	3,963	3,967	3,971	3,976	3,980	3,984	3,989	3,993	3,997
92	4,002	4,006	4,010	4,015	4,019	4,024	4,028	4,032	4,037	4,041
93	4,045	4,050	4,054	4,058	4,063	4,067	4,071	4,076	4,080	4,084
94	4,089	4,093	4,097	4,102	4,106	4,111	4,115	4,119	4,124	4,128
95	4,132	4,137	4,141	4,145	4,150	4,154	4,158	4,163	4,167	4,171
96	4,176	4,180	4,184	4,189	4,193	4,198	4,202	4,206	4,211	4,215
97	4,219	4,224	4,228	4,232	4,237	4,241	4,245	4,250	4,254	4,258
98	4,263	4,267	4,271	4,276	4,280	4,285	4,289	4,293	4,298	4,302
99	4,306	4,311	4,315	4,319	4,324	4,328	4,332	4,337	4,341	4,345
100	4,350	4,354	4,358	4,363	4,367	4,372	4,376	4,380	4,385	4,389

кг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-д	43,498	86,995	130,493	173,990	217,488	260,985	304,483	347,980	391,478	434,976

K<sup>+</sup> (эквивалентная масса 39,102), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,003	0,005	0,008	0,010	0,013	0,015	0,018	0,020	0,023
1	0,026	0,028	0,031	0,033	0,036	0,038	0,041	0,043	0,046	0,049
2	0,051	0,054	0,056	0,059	0,061	0,064	0,066	0,069	0,072	0,074
3	0,077	0,079	0,082	0,084	0,087	0,090	0,092	0,095	0,097	0,100
4	0,102	0,105	0,107	0,110	0,113	0,115	0,118	0,120	0,122	0,125
5	0,128	0,130	0,133	0,136	0,138	0,141	0,143	0,146	0,148	0,151
6	0,153	0,156	0,159	0,161	0,164	0,166	0,169	0,171	0,174	0,176
7	0,179	0,182	0,184	0,187	0,189	0,192	0,194	0,197	0,199	0,202
8	0,205	0,207	0,210	0,212	0,215	0,217	0,220	0,222	0,225	0,228
9	0,230	0,233	0,235	0,238	0,240	0,243	0,246	0,248	0,251	0,253
10	0,256	0,258	0,261	0,263	0,266	0,269	0,271	0,274	0,276	0,279
11	0,281	0,284	0,286	0,289	0,292	0,294	0,297	0,299	0,302	0,304
12	0,307	0,309	0,312	0,315	0,317	0,320	0,322	0,325	0,327	0,330
13	0,332	0,335	0,338	0,340	0,343	0,345	0,348	0,350	0,353	0,355
14	0,358	0,361	0,363	0,366	0,368	0,371	0,373	0,376	0,378	0,381
15	0,384	0,386	0,389	0,391	0,394	0,396	0,399	0,402	0,404	0,407
16	0,409	0,412	0,414	0,417	0,419	0,422	0,425	0,427	0,430	0,432
17	0,435	0,437	0,440	0,442	0,445	0,448	0,450	0,453	0,455	0,458
18	0,460	0,463	0,465	0,468	0,471	0,473	0,476	0,478	0,481	0,483
19	0,486	0,488	0,491	0,494	0,496	0,499	0,501	0,504	0,506	0,509
20	0,511	0,514	0,517	0,519	0,522	0,524	0,527	0,529	0,532	0,534
21	0,537	0,540	0,542	0,545	0,547	0,550	0,552	0,555	0,558	0,560
22	0,563	0,565	0,568	0,570	0,573	0,575	0,578	0,581	0,583	0,586
23	0,588	0,591	0,593	0,596	0,598	0,601	0,604	0,606	0,609	0,611
24	0,614	0,616	0,619	0,621	0,624	0,627	0,629	0,632	0,634	0,637
25	0,639	0,642	0,644	0,647	0,650	0,652	0,655	0,657	0,660	0,662
26	0,665	0,667	0,670	0,673	0,675	0,678	0,680	0,683	0,685	0,688
27	0,691	0,693	0,696	0,698	0,701	0,703	0,706	0,708	0,711	0,714
28	0,716	0,719	0,721	0,724	0,726	0,729	0,731	0,734	0,737	0,739
29	0,742	0,744	0,747	0,749	0,752	0,754	0,757	0,760	0,762	0,765
30	0,767	0,770	0,772	0,775	0,777	0,780	0,783	0,785	0,788	0,790
31	0,793	0,795	0,798	0,800	0,803	0,806	0,808	0,811	0,813	0,816
32	0,818	0,821	0,823	0,826	0,829	0,831	0,834	0,836	0,839	0,841
33	0,844	0,847	0,849	0,852	0,854	0,857	0,859	0,862	0,864	0,867
34	0,870	0,872	0,875	0,877	0,880	0,882	0,885	0,887	0,890	0,893
35	0,895	0,898	0,900	0,903	0,905	0,908	0,910	0,913	0,916	0,918
36	0,921	0,923	0,926	0,928	0,931	0,933	0,936	0,939	0,941	0,944
37	0,946	0,949	0,951	0,954	0,956	0,959	0,962	0,964	0,967	0,969
38	0,972	0,974	0,977	0,979	0,982	0,985	0,987	0,990	0,992	0,995
39	0,997	1,000	1,003	1,005	1,008	1,010	1,013	1,015	1,018	1,020
40	1,023	1,026	1,028	1,031	1,033	1,036	1,038	1,041	1,043	1,046
41	1,049	1,051	1,054	1,056	1,059	1,061	1,064	1,066	1,069	1,072
42	1,077	1,077	1,079	1,082	1,084	1,087	1,089	1,092	1,095	1,097
43	1,100	1,102	1,105	1,107	1,110	1,113	1,115	1,118	1,120	1,123
44	1,125	1,128	1,130	1,133	1,135	1,138	1,141	1,143	1,146	1,148
45	1,151	1,153	1,156	1,159	1,161	1,164	1,166	1,169	1,171	1,174
46	1,176	1,179	1,182	1,184	1,187	1,189	1,192	1,194	1,197	1,199
47	1,202	1,205	1,207	1,210	1,212	1,215	1,217	1,220	1,222	1,225
48	1,228	1,230	1,233	1,235	1,238	1,240	1,243	1,245	1,248	1,251
49	1,253	1,256	1,258	1,261	1,263	1,266	1,268	1,271	1,274	1,276



	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	1,279	1,281	1,284	1,286	1,289	1,291	1,294	1,297	1,299	1,302
51	1,304	1,307	1,309	1,312	1,315	1,317	1,320	1,322	1,325	1,327
52	1,330	1,332	1,335	1,338	1,340	1,343	1,345	1,348	1,350	1,353
53	1,355	1,358	1,361	1,363	1,366	1,368	1,371	1,373	1,376	1,378
54	1,381	1,384	1,386	1,389	1,391	1,394	1,396	1,399	1,401	1,404
55	1,407	1,409	1,412	1,414	1,417	1,419	1,422	1,424	1,427	1,430
56	1,432	1,435	1,437	1,440	1,442	1,445	1,447	1,450	1,453	1,455
57	1,458	1,460	1,463	1,465	1,468	1,471	1,473	1,476	1,478	1,481
58	1,483	1,486	1,488	1,491	1,494	1,496	1,499	1,501	1,504	1,506
59	1,509	1,511	1,514	1,517	1,519	1,522	1,524	1,527	1,529	1,532
60	1,534	1,537	1,540	1,542	1,545	1,547	1,550	1,552	1,555	1,557
61	1,560	1,563	1,565	1,568	1,570	1,573	1,575	1,578	1,580	1,583
62	1,586	1,588	1,591	1,593	1,596	1,598	1,601	1,603	1,606	1,609
63	1,611	1,614	1,616	1,619	1,621	1,624	1,627	1,629	1,632	1,634
64	1,637	1,639	1,642	1,644	1,647	1,650	1,652	1,655	1,657	1,660
65	1,662	1,665	1,667	1,670	1,673	1,675	1,678	1,680	1,683	1,685
66	1,688	1,690	1,693	1,696	1,698	1,701	1,703	1,706	1,708	1,711
67	1,713	1,716	1,719	1,721	1,724	1,726	1,729	1,731	1,734	1,736
68	1,739	1,742	1,744	1,747	1,749	1,752	1,754	1,757	1,760	1,762
69	1,765	1,767	1,770	1,772	1,775	1,777	1,780	1,783	1,785	1,788
70	1,799	1,793	1,795	1,798	1,800	1,803	1,806	1,808	1,811	1,813
71	1,816	1,818	1,821	1,823	1,826	1,829	1,831	1,834	1,836	1,839
72	1,841	1,844	1,846	1,849	1,852	1,854	1,857	1,859	1,862	1,864
73	1,867	1,869	1,872	1,875	1,877	1,880	1,882	1,885	1,887	1,890
74	1,892	1,895	1,898	1,900	1,903	1,905	1,908	1,910	1,913	1,916
75	1,918	1,921	1,923	1,926	1,928	1,931	1,933	1,936	1,939	1,941
76	1,944	1,946	1,949	1,951	1,954	1,956	1,959	1,962	1,964	1,967
77	1,969	1,972	1,974	1,977	1,979	1,982	1,985	1,987	1,990	1,992
78	1,995	1,997	2,000	2,002	2,005	2,008	2,010	2,013	2,015	2,018
79	2,020	2,023	2,025	2,028	2,031	2,033	2,036	2,038	2,041	2,043
80	2,046	2,048	2,051	2,054	2,056	2,059	2,061	2,064	2,066	2,069
81	2,072	2,074	2,077	2,079	2,082	2,084	2,087	2,089	2,092	2,095
82	2,097	2,100	2,102	2,105	2,107	2,110	2,112	2,115	2,118	2,120
83	2,123	2,125	2,128	2,130	2,133	2,135	2,138	2,141	2,143	2,146
84	2,148	2,151	2,153	2,156	2,158	2,161	2,164	2,166	2,169	2,171
85	2,174	2,176	2,179	2,181	2,184	2,187	2,189	2,192	2,194	2,197
86	2,199	2,202	2,204	2,207	2,210	2,212	2,215	2,217	2,220	2,222
87	2,225	2,228	2,230	2,233	2,235	2,238	2,240	2,242	2,245	2,248
88	2,251	2,253	2,256	2,258	2,261	2,263	2,266	2,268	2,271	2,274
89	2,276	2,279	2,281	2,284	2,286	2,289	2,291	2,294	2,297	2,299
90	2,302	2,304	2,307	2,309	2,312	2,314	2,317	2,320	2,322	2,325
91	2,327	2,330	2,332	2,335	2,337	2,340	2,343	2,345	2,348	2,350
92	2,353	2,355	2,358	2,360	2,363	2,366	2,368	2,371	2,373	2,376
93	2,378	2,381	2,384	2,386	2,389	2,391	2,394	2,396	2,399	2,401
94	2,404	2,407	2,409	2,412	2,414	2,417	2,419	2,422	2,424	2,427
95	2,430	2,432	2,435	2,437	2,440	2,442	2,445	2,447	2,450	2,453
96	2,455	2,458	2,460	2,463	2,465	2,468	2,470	2,473	2,476	2,478
97	2,481	2,483	2,486	2,488	2,491	2,493	2,496	2,499	2,501	2,504
98	2,506	2,509	2,511	2,514	2,516	2,519	2,522	2,524	2,527	2,529
99	2,532	2,534	2,537	2,540	2,542	2,545	2,547	2,550	2,552	2,555
100	2,557	2,560	2,563	2,565	2,568	2,570	2,573	2,575	2,578	2,580

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10000
мг-экв	25,57	51,15	76,72	102,30	127,87	153,44	179,02	204,59	230,17	255,74

NH<sub>4</sub><sup>+</sup>(эквивалентная масса 18,0386), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,006	0,011	0,017	0,022	0,028	0,033	0,039	0,044	0,050
1	0,055	0,061	0,067	0,072	0,078	0,083	0,089	0,094	0,100	0,105
2	0,111	0,116	0,122	0,128	0,133	0,139	0,144	0,150	0,155	0,161
3	0,166	0,172	0,177	0,183	0,188	0,194	0,200	0,205	0,211	0,216
4	0,222	0,227	0,233	0,238	0,244	0,249	0,255	0,261	0,266	0,272
5	0,277	0,283	0,288	0,294	0,299	0,305	0,310	0,316	0,322	0,327
6	0,333	0,338	0,344	0,349	0,355	0,360	0,366	0,371	0,377	0,383
7	0,388	0,394	0,399	0,405	0,410	0,416	0,421	0,427	0,432	0,438
8	0,443	0,449	0,455	0,460	0,466	0,471	0,476	0,482	0,488	0,493
9	0,499	0,504	0,510	0,516	0,521	0,527	0,532	0,538	0,543	0,549
10	0,554	0,560	0,565	0,571	0,577	0,582	0,588	0,593	0,599	0,604
11	0,610	0,615	0,621	0,626	0,632	0,638	0,643	0,649	0,654	0,660
12	0,665	0,671	0,676	0,682	0,687	0,693	0,699	0,704	0,710	0,715
13	0,721	0,726	0,732	0,737	0,743	0,748	0,754	0,759	0,765	0,771
14	0,776	0,782	0,787	0,793	0,798	0,804	0,809	0,815	0,820	0,826
15	0,832	0,837	0,843	0,848	0,854	0,859	0,865	0,870	0,876	0,881
16	0,887	0,893	0,898	0,904	0,909	0,915	0,920	0,926	0,931	0,937
17	0,942	0,948	0,954	0,959	0,965	0,970	0,976	0,981	0,987	0,992
18	0,998	1,003	1,009	1,014	1,020	1,026	1,031	1,037	1,042	1,048
19	1,053	1,059	1,064	1,070	1,075	1,081	1,087	1,092	1,098	1,103
20	1,109	1,114	1,120	1,125	1,131	1,136	1,142	1,148	1,153	1,159
21	1,164	1,170	1,175	1,181	1,186	1,192	1,197	1,203	1,209	1,214
22	1,220	1,225	1,231	1,236	1,242	1,247	1,253	1,258	1,264	1,270
23	1,275	1,281	1,286	1,292	1,297	1,303	1,308	1,314	1,319	1,325
24	1,330	1,336	1,342	1,347	1,353	1,358	1,364	1,369	1,375	1,380
25	1,386	1,391	1,397	1,403	1,408	1,414	1,419	1,425	1,430	1,436
26	1,441	1,447	1,452	1,458	1,464	1,469	1,475	1,480	1,486	1,491
27	1,497	1,502	1,508	1,513	1,519	1,525	1,530	1,536	1,541	1,547
28	1,552	1,558	1,563	1,569	1,574	1,580	1,585	1,591	1,597	1,602
29	1,608	1,613	1,619	1,624	1,630	1,635	1,641	1,646	1,652	1,658
30	1,663	1,669	1,674	1,680	1,685	1,691	1,696	1,702	1,707	1,713
31	1,719	1,724	1,730	1,735	1,741	1,746	1,752	1,757	1,763	1,768
32	1,774	1,780	1,785	1,791	1,796	1,802	1,807	1,813	1,818	1,824
33	1,829	1,835	1,840	1,846	1,852	1,857	1,863	1,868	1,874	1,879
34	1,885	1,890	1,896	1,901	1,907	1,913	1,918	1,924	1,929	1,935
35	1,940	1,946	1,951	1,957	1,962	1,968	1,974	1,979	1,985	1,990
36	1,996	2,001	2,007	2,012	2,018	2,023	2,029	2,035	2,040	2,046
37	2,051	2,057	2,062	2,068	2,073	2,079	2,084	2,090	2,096	2,101
38	2,107	2,112	2,118	2,123	2,129	2,134	2,140	2,145	2,151	2,156
39	2,162	2,168	2,173	2,179	2,184	2,190	2,195	2,201	2,206	2,212
40	2,217	2,223	2,229	2,234	2,240	2,245	2,251	2,256	2,262	2,267
41	2,273	2,278	2,284	2,290	2,295	2,301	2,306	2,312	2,317	2,323
42	2,328	2,334	2,339	2,345	2,351	2,356	2,362	2,367	2,373	2,378
43	2,384	2,389	2,395	2,400	2,406	2,411	2,417	2,423	2,428	2,434
44	2,439	2,445	2,450	2,456	2,461	2,467	2,472	2,478	2,484	2,489
45	2,495	2,500	2,506	2,511	2,517	2,522	2,528	2,533	2,539	2,545
46	2,550	2,556	2,561	2,567	2,572	2,578	2,583	2,589	2,594	2,600
47	2,606	2,611	2,617	2,622	2,628	2,633	2,639	2,644	2,650	2,655
48	2,661	2,667	2,672	2,678	2,683	2,689	2,694	2,700	2,705	2,711
49	2,716	2,722	2,727	2,733	2,739	2,744	2,750	2,755	2,761	2,766

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	2,772	2,777	2,783	2,788	2,794	2,800	2,805	2,811	2,816	2,822
51	2,827	2,833	2,838	2,844	2,849	2,855	2,861	2,866	2,872	2,877
52	2,883	2,888	2,894	2,899	2,905	2,910	2,916	2,922	2,927	2,933
53	2,938	2,944	2,949	2,955	2,960	2,966	2,971	2,977	2,982	2,988
54	2,994	2,999	3,005	3,010	3,016	3,021	3,027	3,032	3,038	3,043
55	3,049	3,055	3,060	3,066	3,071	3,077	3,082	3,088	3,093	3,099
56	3,104	3,110	3,116	3,121	3,127	3,132	3,138	3,143	3,149	3,154
57	3,160	3,165	3,171	3,177	3,182	3,188	3,193	3,199	3,204	3,210
58	3,215	3,221	3,226	3,232	3,238	3,243	3,249	3,254	3,260	3,265
59	3,271	3,276	3,282	3,287	3,293	3,298	3,304	3,310	3,315	3,321
60	3,326	3,332	3,337	3,343	3,348	3,354	3,359	3,365	3,371	3,376
61	3,382	3,387	3,393	3,398	3,404	3,409	3,415	3,420	3,426	3,432
62	3,437	3,443	3,448	3,454	3,459	3,465	3,470	3,476	3,481	3,487
63	3,493	3,498	3,504	3,509	3,515	3,520	3,526	3,531	3,537	3,542
64	3,548	3,553	3,559	3,565	3,570	3,576	3,581	3,587	3,592	3,598
65	3,603	3,609	3,614	3,620	3,626	3,631	3,637	3,642	3,648	3,653
66	3,659	3,664	3,670	3,675	3,681	3,687	3,692	3,698	3,703	3,709
67	3,714	3,720	3,725	3,731	3,736	3,742	3,748	3,753	3,759	3,764
68	3,770	3,775	3,781	3,786	3,792	3,797	3,803	3,809	3,814	3,820
69	3,825	3,831	3,836	3,842	3,847	3,853	3,858	3,864	3,869	3,875
70	3,881	3,886	3,892	3,897	3,903	3,908	3,914	3,919	3,925	3,930
71	3,936	3,942	3,947	3,953	3,958	3,964	3,969	3,975	3,980	3,986
72	3,991	3,997	4,003	4,008	4,014	4,019	4,025	4,030	4,036	4,041
73	4,047	4,052	4,058	4,064	4,069	4,075	4,080	4,086	4,091	4,097
74	4,102	4,108	4,113	4,119	4,124	4,130	4,136	4,141	4,147	4,152
75	4,158	4,163	4,169	4,174	4,180	4,185	4,191	4,197	4,202	4,208
76	4,213	4,219	4,224	4,230	4,235	4,241	4,246	4,252	4,258	4,263
77	4,269	4,274	4,280	4,285	4,291	4,296	4,302	4,307	4,313	4,319
78	4,324	4,330	4,335	4,341	4,346	4,352	4,357	4,363	4,368	4,374
79	4,380	4,385	4,391	4,396	4,402	4,407	4,413	4,418	4,424	4,429
80	4,435	4,440	4,446	4,452	4,457	4,463	4,468	4,474	4,479	4,485
81	4,490	4,496	4,501	4,507	4,513	4,518	4,524	4,529	4,535	4,540
82	4,546	4,551	4,557	4,562	4,568	4,574	4,579	4,585	4,590	4,596
83	4,601	4,607	4,612	4,618	4,623	4,629	4,635	4,640	4,646	4,651
84	4,657	4,662	4,668	4,673	4,679	4,684	4,690	4,695	4,701	4,707
85	4,712	4,718	4,723	4,729	4,734	4,740	4,745	4,751	4,756	4,762
86	4,768	4,773	4,779	4,784	4,790	4,795	4,801	4,806	4,812	4,817
87	4,823	4,829	4,834	4,840	4,845	4,851	4,856	4,862	4,867	4,873
88	4,878	4,884	4,890	4,895	4,901	4,906	4,912	4,917	4,923	4,929
89	4,934	4,940	4,945	4,951	4,956	4,962	4,967	4,973	4,978	4,984
90	4,989	4,995	5,000	5,006	5,011	5,017	5,023	5,028	5,034	5,039
91	5,045	5,050	5,056	5,061	5,067	5,072	5,078	5,084	5,089	5,095
92	5,100	5,106	5,111	5,117	5,122	5,128	5,133	5,139	5,145	5,150
93	5,156	5,161	5,167	5,172	5,178	5,183	5,189	5,194	5,200	5,206
94	5,211	5,217	5,222	5,228	5,233	5,239	5,244	5,250	5,255	5,261
95	5,266	5,272	5,278	5,283	5,289	5,294	5,300	5,305	5,311	5,316
96	5,322	5,327	5,333	5,339	5,344	5,350	5,355	5,361	5,366	5,372
97	5,377	5,383	5,388	5,394	5,400	5,405	5,411	5,416	5,422	5,427
98	5,433	5,438	5,444	5,449	5,455	5,461	5,466	5,472	5,477	5,483
99	5,488	5,494	5,499	5,505	5,510	5,516	5,521	5,527	5,533	5,538
100	5,544	5,549	5,555	5,560	5,566	5,571	5,577	5,582	5,588	5,594

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-ЭКВ	55,44	110,87	166,31	221,75	277,18	332,62	388,06	443,49	498,93	554,37

Ca<sup>2+</sup> (эквивалентная масса 20,04), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,005	0,010	0,015	0,020	0,025	0,030	0,035	0,040	0,045
1	0,050	0,055	0,060	0,065	0,070	0,075	0,080	0,085	0,090	0,095
2	0,100	0,105	0,110	0,115	0,120	0,125	0,130	0,135	0,140	0,145
3	0,150	0,155	0,160	0,165	0,170	0,175	0,180	0,185	0,190	0,195
4	0,200	0,205	0,210	0,215	0,220	0,225	0,230	0,235	0,240	0,245
5	0,250	0,254	0,259	0,264	0,269	0,274	0,279	0,284	0,289	0,294
6	0,299	0,304	0,309	0,314	0,319	0,324	0,329	0,334	0,339	0,344
7	0,349	0,354	0,359	0,364	0,369	0,374	0,379	0,384	0,389	0,394
8	0,399	0,404	0,409	0,414	0,419	0,424	0,429	0,434	0,439	0,444
9	0,449	0,454	0,459	0,464	0,469	0,474	0,479	0,484	0,489	0,494
10	0,499	0,504	0,509	0,514	0,519	0,524	0,529	0,534	0,539	0,544
11	0,549	0,554	0,559	0,564	0,569	0,574	0,579	0,584	0,589	0,594
12	0,599	0,604	0,609	0,614	0,619	0,624	0,629	0,634	0,639	0,644
13	0,649	0,654	0,659	0,664	0,669	0,674	0,679	0,684	0,689	0,694
14	0,699	0,704	0,709	0,714	0,719	0,724	0,729	0,734	0,739	0,744
15	0,749	0,753	0,758	0,763	0,768	0,773	0,778	0,783	0,788	0,793
16	0,798	0,803	0,808	0,813	0,818	0,823	0,828	0,833	0,838	0,843
17	0,848	0,853	0,858	0,863	0,868	0,873	0,878	0,883	0,888	0,893
18	0,898	0,903	0,908	0,913	0,918	0,923	0,928	0,933	0,938	0,943
19	0,948	0,953	0,958	0,963	0,968	0,973	0,978	0,983	0,988	0,993
20	0,998	1,003	1,008	1,013	1,018	1,023	1,028	1,033	1,038	1,043
21	1,048	1,053	1,058	1,063	1,068	1,073	1,078	1,083	1,088	1,093
22	1,098	1,103	1,108	1,113	1,118	1,123	1,128	1,133	1,138	1,143
23	1,148	1,153	1,158	1,163	1,168	1,173	1,178	1,183	1,188	1,193
24	1,198	1,203	1,208	1,213	1,218	1,223	1,228	1,233	1,238	1,243
25	1,248	1,252	1,257	1,262	1,267	1,272	1,277	1,282	1,287	1,292
26	1,297	1,302	1,307	1,312	1,317	1,322	1,327	1,332	1,337	1,342
27	1,347	1,352	1,357	1,362	1,367	1,372	1,377	1,382	1,387	1,392
28	1,397	1,402	1,407	1,412	1,417	1,422	1,427	1,432	1,437	1,442
29	1,447	1,452	1,457	1,462	1,467	1,472	1,477	1,482	1,487	1,492
30	1,497	1,502	1,507	1,512	1,517	1,522	1,527	1,532	1,537	1,542
31	1,547	1,552	1,557	1,562	1,567	1,572	1,577	1,582	1,587	1,592
32	1,597	1,602	1,607	1,612	1,617	1,622	1,627	1,632	1,637	1,642
33	1,647	1,652	1,657	1,662	1,667	1,672	1,677	1,682	1,687	1,692
34	1,697	1,702	1,707	1,712	1,717	1,722	1,727	1,732	1,737	1,742
35	1,747	1,751	1,756	1,761	1,766	1,771	1,776	1,781	1,786	1,791
36	1,796	1,801	1,806	1,811	1,816	1,821	1,826	1,831	1,836	1,841
37	1,846	1,851	1,856	1,861	1,866	1,871	1,876	1,881	1,886	1,891
38	1,896	1,901	1,906	1,911	1,916	1,921	1,926	1,931	1,936	1,941
39	1,946	1,951	1,956	1,961	1,966	1,971	1,976	1,981	1,986	1,991
40	1,996	2,001	2,006	2,011	2,016	2,021	2,026	2,031	2,036	2,041
41	2,046	2,051	2,056	2,061	2,066	2,071	2,076	2,081	2,086	2,091
42	2,096	2,101	2,106	2,111	2,116	2,121	2,126	2,131	2,136	2,141
43	2,146	2,151	2,156	2,161	2,166	2,171	2,176	2,181	2,186	2,191
44	2,196	2,201	2,206	2,211	2,216	2,221	2,226	2,231	2,236	2,241
45	2,246	2,250	2,255	2,260	2,265	2,270	2,275	2,280	2,285	2,290
46	2,295	2,300	2,305	2,310	2,315	2,320	2,325	2,330	2,335	2,340
47	2,345	2,350	2,355	2,360	2,365	2,370	2,375	2,380	2,385	2,390
48	2,395	2,400	2,405	2,410	2,415	2,420	2,425	2,430	2,435	2,440
49	2,445	2,450	2,455	2,460	2,465	2,470	2,475	2,480	2,485	2,490

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	2,495	2,500	2,505	2,510	2,515	2,520	2,525	2,530	2,535	2,540
51	2,545	2,550	2,555	2,560	2,565	2,570	2,575	2,580	2,585	2,590
52	2,595	2,600	2,605	2,610	2,615	2,620	2,625	2,630	2,635	2,640
53	2,645	2,650	2,655	2,660	2,665	2,670	2,675	2,680	2,685	2,690
54	2,695	2,700	2,705	2,710	2,715	2,720	2,725	2,730	2,735	2,740
55	2,745	2,749	2,754	2,759	2,764	2,769	2,774	2,779	2,784	2,789
56	2,794	2,799	2,804	2,809	2,814	2,819	2,824	2,829	2,834	2,839
57	2,844	2,849	2,854	2,859	2,864	2,869	2,874	2,879	2,884	2,889
58	2,894	2,899	2,904	2,909	2,914	2,919	2,924	2,929	2,934	2,939
59	2,944	2,949	2,954	2,959	2,964	2,969	2,974	2,979	2,984	2,989
60	2,994	2,999	3,004	3,009	3,014	3,019	3,024	3,029	3,034	3,039
61	3,044	3,049	3,054	3,059	3,064	3,069	3,074	3,079	3,084	3,089
62	3,094	3,099	3,104	3,109	3,114	3,119	3,124	3,129	3,134	3,139
63	3,144	3,149	3,154	3,159	3,164	3,169	3,174	3,179	3,184	3,189
64	3,194	3,199	3,204	3,209	3,214	3,219	3,224	3,229	3,234	3,239
65	3,244	3,248	3,253	3,258	3,263	3,268	3,273	3,278	3,283	3,288
66	3,293	3,298	3,303	3,308	3,313	3,318	3,323	3,328	3,333	3,338
67	3,343	3,348	3,353	3,358	3,363	3,368	3,373	3,378	3,383	3,388
68	3,393	3,398	3,403	3,408	3,413	3,418	3,423	3,428	3,433	3,438
69	3,443	3,448	3,453	3,458	3,463	3,468	3,473	3,478	3,483	3,488
70	3,493	3,498	3,503	3,508	3,513	3,518	3,523	3,528	3,533	3,538
71	3,543	3,548	3,553	3,558	3,563	3,568	3,573	3,578	3,583	3,588
72	3,593	3,598	3,603	3,608	3,613	3,618	3,623	3,628	3,633	3,638
73	3,643	3,648	3,653	3,658	3,663	3,668	3,673	3,678	3,683	3,688
74	3,693	3,698	3,703	3,708	3,713	3,718	3,723	3,728	3,733	3,738
75	3,743	3,747	3,752	3,757	3,762	3,767	3,772	3,777	3,782	3,787
76	3,792	3,797	3,802	3,807	3,812	3,817	3,822	3,827	3,832	3,837
77	3,842	3,847	3,852	3,857	3,862	3,867	3,872	3,877	3,882	3,887
78	3,892	3,897	3,902	3,907	3,912	3,917	3,922	3,927	3,932	3,937
79	3,942	3,947	3,952	3,957	3,962	3,967	3,972	3,977	3,982	3,987
80	3,992	3,997	4,002	4,007	4,012	4,017	4,022	4,027	4,032	4,037
81	4,042	4,047	4,052	4,057	4,062	4,067	4,072	4,077	4,082	4,087
82	4,092	4,097	4,102	4,107	4,112	4,117	4,122	4,127	4,132	4,137
83	4,142	4,147	4,152	4,157	4,162	4,167	4,172	4,177	4,182	4,187
84	4,192	4,197	4,202	4,207	4,212	4,217	4,222	4,227	4,232	4,237
85	4,242	4,246	4,251	4,256	4,261	4,266	4,271	4,276	4,281	4,286
86	4,291	4,296	4,301	4,306	4,311	4,316	4,321	4,326	4,331	4,336
87	4,341	4,346	4,351	4,356	4,361	4,366	4,371	4,376	4,381	4,386
88	4,391	4,396	4,401	4,406	4,411	4,416	4,421	4,426	4,431	4,436
89	4,441	4,446	4,451	4,456	4,461	4,466	4,471	4,476	4,481	4,486
90	4,491	4,496	4,501	4,506	4,511	4,516	4,521	4,526	4,531	4,536
91	4,541	4,546	4,551	4,556	4,561	4,566	4,571	4,576	4,581	4,586
92	4,591	4,596	4,601	4,606	4,611	4,616	4,621	4,626	4,631	4,636
93	4,641	4,646	4,651	4,656	4,661	4,666	4,671	4,676	4,681	4,686
94	4,691	4,696	4,701	4,706	4,711	4,716	4,721	4,726	4,731	4,736
95	4,741	4,745	4,750	4,755	4,760	4,765	4,770	4,775	4,780	4,785
96	4,790	4,795	4,800	4,805	4,810	4,815	4,820	4,825	4,830	4,835
97	4,840	4,845	4,850	4,855	4,860	4,865	4,870	4,875	4,880	4,885
98	4,890	4,895	4,900	4,905	4,910	4,915	4,920	4,925	4,930	4,935
99	4,940	4,945	4,950	4,955	4,960	4,965	4,970	4,975	4,980	4,985
100	4,990	4,995	5,000	5,005	5,010	5,015	5,020	5,025	5,030	5,035

кг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10000
кг-ЭКВ	49,900	99,800	149,701	199,601	249,501	299,401	349,301	399,202	449,102	499,002

$Mg^{2+}$  (эквивалентная масса 12,1525), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,008	0,017	0,025	0,033	0,041	0,049	0,058	0,066	0,074
1	0,082	0,091	0,099	0,107	0,115	0,123	0,132	0,140	0,148	0,156
2	0,165	0,173	0,181	0,189	0,197	0,206	0,214	0,222	0,230	0,239
3	0,247	0,255	0,263	0,272	0,280	0,288	0,296	0,304	0,313	0,321
4	0,329	0,337	0,346	0,354	0,362	0,370	0,379	0,387	0,395	0,403
5	0,411	0,420	0,428	0,436	0,444	0,453	0,461	0,469	0,477	0,485
6	0,494	0,502	0,510	0,518	0,527	0,535	0,543	0,551	0,560	0,568
7	0,576	0,584	0,592	0,601	0,609	0,617	0,625	0,634	0,642	0,650
8	0,658	0,667	0,675	0,683	0,691	0,699	0,708	0,716	0,724	0,732
9	0,741	0,749	0,757	0,765	0,774	0,782	0,790	0,798	0,806	0,815
10	0,823	0,831	0,839	0,848	0,856	0,864	0,872	0,880	0,889	0,897
11	0,905	0,913	0,922	0,930	0,938	0,946	0,955	0,963	0,971	0,979
12	0,987	0,996	1,004	1,012	1,020	1,029	1,037	1,045	1,053	1,062
13	1,070	1,078	1,086	1,094	1,103	1,111	1,119	1,127	1,136	1,144
14	1,152	1,160	1,168	1,177	1,185	1,193	1,201	1,210	1,218	1,226
15	1,234	1,243	1,251	1,259	1,267	1,275	1,284	1,292	1,300	1,308
16	1,317	1,325	1,333	1,341	1,350	1,358	1,366	1,374	1,382	1,391
17	1,399	1,407	1,415	1,424	1,432	1,440	1,448	1,456	1,465	1,473
18	1,481	1,489	1,498	1,506	1,514	1,522	1,531	1,539	1,547	1,555
19	1,563	1,572	1,580	1,588	1,596	1,605	1,613	1,621	1,629	1,638
20	1,646	1,654	1,662	1,670	1,679	1,687	1,695	1,703	1,712	1,720
21	1,728	1,736	1,744	1,753	1,761	1,769	1,777	1,786	1,794	1,802
22	1,810	1,819	1,827	1,835	1,843	1,851	1,860	1,868	1,876	1,884
23	1,893	1,901	1,909	1,917	1,926	1,934	1,942	1,950	1,958	1,967
24	1,975	1,983	1,991	2,000	2,008	2,016	2,024	2,033	2,041	2,049
25	2,057	2,065	2,074	2,082	2,090	2,098	2,107	2,115	2,123	2,131
26	2,139	2,148	2,156	2,164	2,172	2,181	2,189	2,197	2,205	2,214
27	2,222	2,230	2,238	2,246	2,255	2,263	2,271	2,279	2,288	2,296
28	2,304	2,312	2,321	2,329	2,337	2,345	2,353	2,362	2,370	2,378
29	2,386	2,395	2,403	2,411	2,419	2,427	2,436	2,444	2,452	2,460
30	2,469	2,477	2,485	2,493	2,502	2,510	2,518	2,526	2,534	2,543
31	2,551	2,559	2,567	2,576	2,584	2,592	2,600	2,609	2,617	2,625
32	2,633	2,641	2,650	2,658	2,666	2,674	2,683	2,691	2,699	2,707
33	2,715	2,724	2,732	2,740	2,748	2,757	2,765	2,773	2,781	2,790
34	2,798	2,806	2,814	2,822	2,831	2,839	2,847	2,855	2,864	2,872
35	2,880	2,888	2,897	2,905	2,913	2,921	2,929	2,938	2,946	2,954
36	2,962	2,971	2,979	2,987	2,995	3,003	3,012	3,020	3,028	3,036
37	3,045	3,053	3,061	3,069	3,078	3,086	3,094	3,102	3,110	3,119
38	3,127	3,135	3,143	3,152	3,160	3,168	3,176	3,185	3,193	3,201
39	3,209	3,217	3,226	3,234	3,242	3,250	3,259	3,267	3,275	3,283
40	3,292	3,300	3,308	3,316	3,324	3,333	3,341	3,349	3,357	3,366
41	3,374	3,382	3,390	3,398	3,407	3,415	3,423	3,431	3,440	3,448
42	3,456	3,464	3,473	3,481	3,489	3,497	3,505	3,514	3,522	3,530
43	3,538	3,547	3,555	3,563	3,571	3,580	3,588	3,596	3,604	3,612
44	3,621	3,629	3,637	3,645	3,654	3,662	3,670	3,678	3,686	3,695
45	3,703	3,711	3,719	3,728	3,736	3,744	3,752	3,761	3,769	3,777
46	3,785	3,793	3,802	3,810	3,818	3,826	3,835	3,843	3,851	3,859
47	3,868	3,876	3,884	3,892	3,900	3,909	3,917	3,925	3,933	3,942
48	3,950	3,958	3,966	3,974	3,983	3,991	3,999	4,007	4,016	4,024
49	4,032	4,040	4,049	4,057	4,065	4,073	4,081	4,090	4,098	4,106

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	4,114	4,123	4,131	4,139	4,147	4,156	4,164	4,172	4,180	4,188
51	4,197	4,205	4,213	4,221	4,230	4,238	4,246	4,254	4,262	4,271
52	4,279	4,287	4,295	4,304	4,312	4,320	4,328	4,337	4,345	4,353
53	4,361	4,369	4,378	4,386	4,394	4,402	4,411	4,419	4,427	4,435
54	4,444	4,452	4,460	4,468	4,476	4,485	4,493	4,501	4,509	4,518
55	4,526	4,534	4,542	4,551	4,559	4,567	4,575	4,583	4,592	4,600
56	4,608	4,616	4,625	4,633	4,641	4,649	4,657	4,666	4,674	4,682
57	4,690	4,699	4,707	4,715	4,723	4,732	4,740	4,748	4,756	4,764
58	4,773	4,781	4,789	4,797	4,806	4,814	4,822	4,830	4,839	4,847
59	4,855	4,863	4,871	4,880	4,888	4,896	4,904	4,913	4,921	4,929
60	4,937	4,945	4,954	4,962	4,970	4,978	4,987	4,995	5,003	5,011
61	5,020	5,028	5,036	5,044	5,052	5,061	5,069	5,077	5,085	5,094
62	5,102	5,110	5,118	5,127	5,135	5,143	5,151	5,159	5,168	5,176
63	5,184	5,192	5,201	5,209	5,217	5,225	5,233	5,242	5,250	5,258
64	5,266	5,275	5,283	5,291	5,299	5,308	5,316	5,324	5,332	5,340
65	5,349	5,357	5,365	5,373	5,382	5,390	5,398	5,406	5,415	5,423
66	5,431	5,439	5,447	5,456	5,464	5,472	5,480	5,489	5,497	5,505
67	5,513	5,521	5,530	5,538	5,546	5,554	5,563	5,571	5,579	5,587
68	5,596	5,604	5,612	5,620	5,628	5,637	5,645	5,653	5,661	5,670
69	5,678	5,686	5,694	5,703	5,711	5,719	5,727	5,735	5,744	5,752
70	5,760	5,768	5,777	5,785	5,793	5,801	5,810	5,818	5,826	5,834
71	5,842	5,851	5,859	5,867	5,875	5,884	5,892	5,900	5,908	5,916
72	5,925	5,933	5,941	5,949	5,958	5,966	5,974	5,982	5,991	5,999
73	6,007	6,015	6,023	6,032	6,040	6,048	6,056	6,065	6,073	6,081
74	6,089	6,098	6,106	6,114	6,122	6,130	6,139	6,147	6,155	6,163
75	6,172	6,180	6,188	6,196	6,204	6,213	6,221	6,229	6,237	6,246
76	6,254	6,262	6,270	6,279	6,287	6,295	6,303	6,311	6,320	6,328
77	6,336	6,344	6,353	6,361	6,369	6,377	6,386	6,394	6,402	6,410
78	6,418	6,427	6,435	6,443	6,451	6,460	6,468	6,476	6,484	6,492
79	6,501	6,509	6,517	6,525	6,534	6,542	6,550	6,558	6,567	6,575
80	6,583	6,591	6,599	6,608	6,616	6,624	6,632	6,641	6,649	6,657
81	6,665	6,674	6,682	6,690	6,698	6,706	6,715	6,723	6,731	6,739
82	6,748	6,756	6,764	6,772	6,780	6,789	6,797	6,805	6,813	6,822
83	6,830	6,838	6,846	6,855	6,863	6,871	6,879	6,887	6,896	6,904
84	6,912	6,920	6,929	6,937	6,945	6,953	6,962	6,970	6,978	6,986
85	6,994	7,003	7,011	7,019	7,027	7,036	7,044	7,052	7,060	7,069
86	7,077	7,085	7,093	7,101	7,110	7,118	7,126	7,134	7,143	7,151
87	7,159	7,167	7,175	7,184	7,192	7,200	7,208	7,217	7,225	7,233
88	7,241	7,250	7,258	7,266	7,274	7,282	7,291	7,299	7,307	7,315
89	7,324	7,332	7,340	7,348	7,357	7,365	7,373	7,381	7,389	7,398
90	7,406	7,414	7,422	7,431	7,439	7,447	7,455	7,463	7,472	7,480
91	7,488	7,496	7,505	7,513	7,521	7,529	7,538	7,546	7,554	7,562
92	7,570	7,579	7,587	7,595	7,603	7,612	7,620	7,628	7,636	7,645
93	7,653	7,661	7,669	7,677	7,686	7,694	7,702	7,710	7,719	7,727
94	7,735	7,743	7,751	7,760	7,768	7,776	7,784	7,793	7,801	7,809
95	7,817	7,826	7,834	7,842	7,850	7,858	7,867	7,875	7,883	7,891
96	7,900	7,908	7,916	7,924	7,933	7,941	7,949	7,957	7,965	7,974
97	7,982	7,990	7,998	8,007	8,015	8,023	8,031	8,039	8,048	8,056
98	8,064	8,072	8,081	8,089	8,097	8,105	8,114	8,122	8,130	8,138
99	8,146	8,155	8,163	8,171	8,179	8,188	8,196	8,204	8,212	8,221
100	8,229	8,237	8,245	8,253	8,262	8,270	8,278	8,286	8,295	8,303

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-экв	82,29	164,58	246,86	329,15	411,44	493,73	576,01	658,30	740,59	822,88

$Fe^{2+}$  (эквивалентная масса 27,9235), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,004	0,007	0,011	0,014	0,018	0,021	0,025	0,029	0,032
1	0,036	0,039	0,043	0,047	0,050	0,054	0,057	0,061	0,064	0,068
2	0,072	0,075	0,079	0,082	0,086	0,090	0,093	0,097	0,100	0,104
3	0,107	0,111	0,115	0,118	0,122	0,125	0,129	0,133	0,136	0,140
4	0,143	0,147	0,150	0,154	0,158	0,161	0,165	0,168	0,172	0,175
5	0,179	0,183	0,186	0,190	0,193	0,197	0,201	0,204	0,208	0,211
6	0,215	0,218	0,222	0,226	0,229	0,233	0,236	0,240	0,244	0,247
7	0,251	0,254	0,258	0,261	0,265	0,269	0,272	0,276	0,279	0,283
8	0,286	0,290	0,294	0,297	0,301	0,304	0,308	0,312	0,315	0,319
9	0,322	0,326	0,329	0,333	0,337	0,340	0,344	0,347	0,351	0,355
10	0,358	0,362	0,365	0,369	0,372	0,376	0,380	0,383	0,387	0,390
11	0,394	0,398	0,401	0,405	0,408	0,412	0,415	0,419	0,423	0,426
12	0,430	0,433	0,437	0,440	0,444	0,448	0,451	0,455	0,458	0,462
13	0,466	0,469	0,473	0,476	0,480	0,483	0,487	0,491	0,494	0,498
14	0,501	0,505	0,509	0,512	0,516	0,519	0,523	0,526	0,530	0,534
15	0,537	0,541	0,544	0,548	0,552	0,555	0,559	0,562	0,566	0,569
16	0,573	0,577	0,580	0,584	0,587	0,591	0,594	0,598	0,602	0,605
17	0,609	0,612	0,616	0,620	0,623	0,627	0,630	0,634	0,637	0,641
18	0,645	0,648	0,652	0,655	0,659	0,663	0,666	0,670	0,673	0,677
19	0,680	0,684	0,688	0,691	0,695	0,698	0,702	0,705	0,709	0,713
20	0,716	0,720	0,723	0,727	0,731	0,734	0,738	0,741	0,745	0,748
21	0,752	0,756	0,759	0,763	0,766	0,770	0,774	0,777	0,781	0,784
22	0,788	0,791	0,795	0,799	0,802	0,806	0,809	0,813	0,817	0,820
23	0,824	0,827	0,831	0,834	0,838	0,842	0,845	0,849	0,852	0,856
24	0,859	0,863	0,867	0,870	0,874	0,877	0,881	0,885	0,888	0,892
25	0,895	0,899	0,902	0,906	0,910	0,913	0,917	0,920	0,924	0,928
26	0,931	0,935	0,938	0,942	0,945	0,949	0,953	0,956	0,960	0,963
27	0,967	0,971	0,974	0,978	0,981	0,985	0,988	0,992	0,996	0,999
28	1,003	1,006	1,010	1,013	1,017	1,021	1,024	1,028	1,031	1,035
29	1,039	1,042	1,046	1,049	1,053	1,056	1,060	1,064	1,067	1,071
30	1,074	1,078	1,082	1,085	1,089	1,092	1,096	1,099	1,103	1,107
31	1,110	1,114	1,117	1,121	1,125	1,128	1,132	1,135	1,139	1,142
32	1,146	1,150	1,153	1,157	1,160	1,164	1,167	1,171	1,175	1,178
33	1,182	1,185	1,189	1,193	1,196	1,200	1,203	1,207	1,210	1,214
34	1,218	1,221	1,225	1,228	1,232	1,236	1,239	1,243	1,246	1,250
35	1,253	1,257	1,261	1,264	1,268	1,271	1,275	1,278	1,282	1,286
36	1,289	1,293	1,296	1,300	1,304	1,307	1,311	1,314	1,318	1,321
37	1,325	1,329	1,332	1,336	1,339	1,343	1,347	1,350	1,354	1,357
38	1,361	1,364	1,368	1,372	1,375	1,379	1,382	1,386	1,390	1,393
39	1,397	1,400	1,404	1,407	1,411	1,415	1,418	1,422	1,425	1,429
40	1,432	1,436	1,440	1,443	1,447	1,450	1,454	1,458	1,461	1,465
41	1,468	1,472	1,475	1,479	1,483	1,486	1,490	1,493	1,497	1,501
42	1,504	1,508	1,511	1,515	1,518	1,522	1,526	1,529	1,533	1,536
43	1,540	1,544	1,547	1,551	1,554	1,558	1,561	1,565	1,569	1,572
44	1,576	1,579	1,583	1,586	1,590	1,594	1,597	1,601	1,604	1,608
45	1,612	1,615	1,619	1,622	1,626	1,629	1,633	1,637	1,640	1,644
46	1,647	1,651	1,655	1,658	1,662	1,665	1,669	1,672	1,676	1,680
47	1,683	1,687	1,690	1,694	1,697	1,701	1,705	1,708	1,712	1,715
48	1,719	1,723	1,726	1,730	1,733	1,737	1,740	1,744	1,748	1,751
49	1,755	1,758	1,762	1,766	1,769	1,773	1,776	1,780	1,783	1,787



Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	1,791	1,794	1,798	1,801	1,805	1,809	1,812	1,816	1,819	1,823
51	1,826	1,830	1,834	1,837	1,841	1,844	1,848	1,851	1,855	1,859
52	1,862	1,866	1,869	1,873	1,877	1,880	1,884	1,887	1,891	1,894
53	1,898	1,902	1,905	1,909	1,912	1,916	1,920	1,923	1,927	1,930
54	1,934	1,937	1,941	1,945	1,948	1,952	1,955	1,959	1,963	1,966
55	1,970	1,973	1,977	1,980	1,984	1,988	1,991	1,995	1,998	2,002
56	2,005	2,009	2,013	2,016	2,020	2,023	2,027	2,031	2,034	2,038
57	2,041	2,045	2,048	2,052	2,056	2,059	2,063	2,066	2,070	2,074
58	2,077	2,081	2,084	2,088	2,091	2,095	2,099	2,102	2,106	2,109
59	2,113	2,116	2,120	2,124	2,127	2,131	2,134	2,138	2,142	2,145
60	2,149	2,152	2,156	2,159	2,163	2,167	2,170	2,174	2,177	2,181
61	2,185	2,188	2,192	2,195	2,199	2,202	2,206	2,210	2,213	2,217
62	2,220	2,224	2,228	2,231	2,235	2,238	2,242	2,245	2,249	2,253
63	2,256	2,260	2,263	2,267	2,270	2,274	2,278	2,281	2,285	2,288
64	2,292	2,296	2,299	2,303	2,306	2,310	2,313	2,317	2,321	2,324
65	2,328	2,331	2,335	2,339	2,342	2,346	2,349	2,353	2,356	2,360
66	2,364	2,367	2,371	2,374	2,378	2,382	2,385	2,389	2,392	2,396
67	2,399	2,403	2,407	2,410	2,414	2,417	2,421	2,424	2,428	2,432
68	2,435	2,439	2,442	2,446	2,450	2,453	2,457	2,460	2,464	2,467
69	2,471	2,475	2,478	2,482	2,485	2,489	2,493	2,496	2,500	2,503
70	2,507	2,510	2,514	2,518	2,521	2,525	2,528	2,532	2,535	2,539
71	2,543	2,546	2,550	2,553	2,557	2,561	2,564	2,568	2,571	2,575
72	2,578	2,582	2,586	2,589	2,593	2,596	2,600	2,604	2,607	2,611
73	2,614	2,618	2,621	2,625	2,629	2,632	2,636	2,639	2,643	2,647
74	2,650	2,654	2,657	2,661	2,664	2,668	2,672	2,675	2,679	2,682
75	2,686	2,689	2,693	2,697	2,700	2,704	2,707	2,711	2,715	2,718
76	2,722	2,725	2,729	2,732	2,736	2,740	2,743	2,747	2,750	2,754
77	2,758	2,761	2,765	2,768	2,772	2,775	2,779	2,783	2,786	2,790
78	2,793	2,797	2,801	2,804	2,808	2,811	2,815	2,818	2,822	2,826
79	2,829	2,833	2,836	2,840	2,843	2,847	2,851	2,854	2,857	2,861
80	2,865	2,869	2,872	2,876	2,879	2,883	2,886	2,890	2,894	2,897
81	2,901	2,904	2,908	2,912	2,915	2,919	2,922	2,926	2,929	2,933
82	2,937	2,940	2,944	2,947	2,951	2,955	2,958	2,962	2,965	2,969
83	2,972	2,976	2,980	2,983	2,987	2,990	2,994	2,997	3,001	3,005
84	3,008	3,011	3,015	3,019	3,023	3,026	3,030	3,033	3,037	3,040
85	3,044	3,048	3,051	3,055	3,058	3,062	3,066	3,069	3,073	3,076
86	3,080	3,083	3,087	3,091	3,094	3,098	3,101	3,105	3,108	3,112
87	3,116	3,119	3,123	3,126	3,130	3,134	3,137	3,141	3,144	3,148
88	3,151	3,155	3,159	3,162	3,166	3,169	3,173	3,177	3,180	3,184
89	3,187	3,191	3,194	3,198	3,202	3,205	3,209	3,212	3,216	3,220
90	3,223	3,227	3,230	3,234	3,237	3,241	3,245	3,248	3,252	3,255
91	3,259	3,262	3,266	3,270	3,273	3,277	3,280	3,284	3,288	3,291
92	3,295	3,298	3,302	3,305	3,309	3,313	3,316	3,320	3,323	3,327
93	3,331	3,334	3,338	3,341	3,345	3,348	3,352	3,356	3,359	3,363
94	3,369	3,370	3,374	3,377	3,381	3,384	3,388	3,391	3,395	3,399
95	3,402	3,406	3,409	3,413	3,416	3,420	3,424	3,427	3,431	3,434
96	3,438	3,442	3,445	3,449	3,452	3,456	3,459	3,463	3,467	3,470
97	3,474	3,477	3,481	3,485	3,488	3,492	3,495	3,499	3,502	3,506
98	3,510	3,513	3,517	3,520	3,524	3,527	3,531	3,535	3,538	3,542
99	3,545	3,549	3,553	3,556	3,560	3,563	3,567	3,570	3,574	3,578
100	3,581	3,585	3,588	3,592	3,596	3,599	3,603	3,606	3,610	3,613

гг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
1-й кв	35,81	71,62	107,44	143,25	179,06	214,87	250,68	286,50	322,31	358,12

$Fe^{3+}$  (эквивалентная масса 18,6157), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,005	0,011	0,016	0,022	0,027	0,032	0,038	0,043	0,048
1	0,054	0,059	0,064	0,070	0,075	0,081	0,086	0,091	0,097	0,102
2	0,107	0,113	0,118	0,124	0,129	0,134	0,140	0,145	0,150	0,156
3	0,161	0,167	0,172	0,177	0,183	0,188	0,193	0,199	0,204	0,210
4	0,215	0,220	0,226	0,231	0,236	0,242	0,247	0,252	0,258	0,263
5	0,269	0,274	0,279	0,285	0,290	0,295	0,301	0,306	0,312	0,317
6	0,322	0,328	0,333	0,338	0,344	0,349	0,355	0,360	0,365	0,371
7	0,376	0,381	0,387	0,392	0,398	0,403	0,408	0,414	0,419	0,424
8	0,430	0,435	0,440	0,446	0,451	0,457	0,462	0,467	0,473	0,478
9	0,483	0,489	0,494	0,500	0,505	0,510	0,516	0,521	0,526	0,532
10	0,537	0,543	0,548	0,553	0,559	0,564	0,569	0,575	0,580	0,586
11	0,591	0,596	0,602	0,607	0,612	0,618	0,623	0,629	0,634	0,639
12	0,645	0,650	0,655	0,661	0,666	0,671	0,677	0,682	0,688	0,693
13	0,698	0,704	0,709	0,714	0,720	0,725	0,731	0,736	0,741	0,747
14	0,752	0,757	0,763	0,768	0,774	0,779	0,784	0,790	0,795	0,800
15	0,806	0,811	0,817	0,822	0,827	0,833	0,838	0,843	0,849	0,854
16	0,859	0,865	0,870	0,876	0,881	0,886	0,892	0,897	0,902	0,908
17	0,913	0,919	0,924	0,929	0,935	0,940	0,945	0,951	0,956	0,962
18	0,967	0,972	0,978	0,983	0,988	0,994	0,999	1,005	1,010	1,015
19	1,021	1,026	1,031	1,037	1,042	1,048	1,053	1,058	1,064	1,069
20	1,074	1,080	1,085	1,090	1,096	1,101	1,107	1,112	1,117	1,123
21	1,128	1,133	1,139	1,144	1,150	1,155	1,160	1,166	1,171	1,176
22	1,182	1,187	1,193	1,198	1,203	1,209	1,214	1,219	1,225	1,230
23	1,236	1,241	1,246	1,252	1,257	1,262	1,268	1,273	1,278	1,284
24	1,289	1,295	1,300	1,305	1,311	1,316	1,321	1,327	1,332	1,338
25	1,343	1,348	1,354	1,359	1,364	1,370	1,375	1,381	1,386	1,391
26	1,397	1,402	1,407	1,413	1,418	1,424	1,429	1,434	1,440	1,445
27	1,450	1,456	1,461	1,467	1,472	1,477	1,483	1,488	1,493	1,499
28	1,504	1,509	1,515	1,520	1,526	1,531	1,536	1,542	1,547	1,552
29	1,558	1,563	1,569	1,574	1,579	1,585	1,590	1,595	1,601	1,606
30	1,612	1,617	1,622	1,628	1,633	1,638	1,644	1,649	1,655	1,660
31	1,665	1,671	1,676	1,681	1,687	1,692	1,697	1,703	1,708	1,714
32	1,719	1,724	1,730	1,735	1,740	1,746	1,751	1,757	1,762	1,767
33	1,773	1,778	1,783	1,789	1,794	1,800	1,805	1,810	1,816	1,821
34	1,826	1,832	1,837	1,843	1,848	1,853	1,859	1,864	1,869	1,875
35	1,880	1,886	1,891	1,896	1,902	1,907	1,912	1,918	1,923	1,928
36	1,934	1,939	1,945	1,950	1,955	1,961	1,966	1,971	1,977	1,982
37	1,988	1,993	1,998	2,004	2,009	2,014	2,020	2,025	2,031	2,036
38	2,041	2,047	2,052	2,057	2,063	2,068	2,074	2,079	2,084	2,090
39	2,095	2,100	2,106	2,111	2,116	2,122	2,127	2,133	2,138	2,143
40	2,149	2,154	2,159	2,165	2,170	2,176	2,181	2,186	2,192	2,197
41	2,202	2,208	2,213	2,219	2,224	2,229	2,235	2,240	2,245	2,251
42	2,256	2,262	2,267	2,272	2,278	2,283	2,288	2,294	2,299	2,305
43	2,310	2,315	2,321	2,326	2,331	2,337	2,342	2,347	2,353	2,358
44	2,364	2,369	2,374	2,380	2,385	2,390	2,396	2,401	2,407	2,412
45	2,417	2,423	2,428	2,433	2,439	2,444	2,450	2,455	2,460	2,466
46	2,471	2,476	2,482	2,487	2,493	2,498	2,503	2,509	2,514	2,519
47	2,525	2,530	2,535	2,541	2,546	2,552	2,557	2,562	2,568	2,573
48	2,578	2,584	2,589	2,595	2,600	2,605	2,611	2,616	2,621	2,627
49	2,632	2,638	2,643	2,648	2,654	2,659	2,664	2,670	2,675	2,681

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	2,686	2,691	2,697	2,702	2,707	2,713	2,718	2,724	2,729	2,734
51	2,740	2,745	2,750	2,756	2,761	2,766	2,772	2,777	2,783	2,788
52	2,793	2,799	2,804	2,809	2,815	2,820	2,826	2,831	2,836	2,842
53	2,847	2,852	2,858	2,863	2,869	2,874	2,879	2,885	2,890	2,895
54	2,901	2,906	2,912	2,917	2,922	2,928	3,933	2,938	2,944	2,949
55	2,954	2,960	2,965	2,971	2,976	2,981	2,987	2,992	2,997	3,003
56	3,008	3,014	3,019	3,024	3,030	3,035	3,040	3,046	3,051	3,057
57	3,062	3,067	3,073	3,078	3,083	3,089	3,094	3,100	3,105	3,110
58	3,116	3,121	3,126	3,132	3,137	3,143	3,148	3,153	3,159	3,164
59	3,169	3,175	3,180	3,185	3,191	3,196	3,202	3,207	3,212	3,218
60	3,223	3,228	3,234	3,239	3,245	3,250	3,255	3,261	3,266	3,271
61	3,277	3,282	3,288	3,293	3,298	3,304	3,309	3,314	3,320	3,325
62	3,331	3,336	3,341	3,347	3,352	3,357	3,363	3,368	3,373	3,379
63	3,384	3,390	3,395	3,400	3,406	3,411	3,416	3,422	3,427	3,433
64	3,438	3,443	3,449	3,454	3,459	3,465	3,470	3,476	3,481	3,486
65	3,492	3,497	3,502	3,508	3,513	3,519	3,524	3,529	3,535	3,540
66	3,545	3,551	3,556	3,562	3,567	3,572	3,578	3,583	3,588	3,594
67	3,599	3,604	3,610	3,615	3,621	3,626	3,631	3,637	3,642	3,647
68	3,653	3,658	3,664	3,669	3,674	3,680	3,685	3,690	3,696	3,701
69	3,707	3,712	3,717	3,723	3,728	3,733	3,739	3,744	3,750	3,755
70	3,760	3,766	3,771	3,776	3,782	3,787	3,792	3,798	3,803	3,809
71	3,814	3,819	3,825	3,830	3,835	3,841	3,846	3,852	3,857	3,862
72	3,868	3,873	3,878	3,884	3,889	3,895	3,900	3,905	3,911	3,916
73	3,921	3,927	3,932	3,938	3,943	3,949	3,954	3,959	3,964	3,970
74	3,975	3,981	3,986	3,991	3,997	4,002	4,007	4,013	4,018	4,023
75	4,029	4,034	4,040	4,045	4,050	4,056	4,061	4,066	4,072	4,077
76	4,083	4,088	4,093	4,099	4,104	4,109	4,115	4,120	4,126	4,131
77	4,136	4,142	4,147	4,152	4,158	4,163	4,169	4,174	4,179	4,185
78	4,190	4,195	4,201	4,206	4,211	4,217	4,222	4,228	4,233	4,238
79	4,244	4,249	4,254	4,260	4,265	4,271	4,276	4,281	4,287	4,292
80	4,297	4,303	4,308	4,314	4,319	4,324	4,330	4,335	4,340	4,346
81	4,351	4,357	4,362	4,367	4,373	4,378	4,383	4,389	4,394	4,400
82	4,405	4,410	4,416	4,421	4,426	4,432	4,437	4,442	4,448	4,453
83	4,459	4,464	4,469	4,475	4,480	4,485	4,491	4,496	4,502	4,507
84	4,512	4,518	4,523	4,528	4,534	4,539	4,545	4,550	4,555	4,561
85	4,566	4,571	4,577	4,582	4,588	4,593	4,598	4,604	4,609	4,614
86	4,620	4,625	4,631	4,636	4,641	4,647	4,652	4,657	4,663	4,668
87	4,673	4,679	4,684	4,690	4,695	4,700	4,706	4,711	4,716	4,722
88	4,727	4,733	4,738	4,743	4,749	4,754	4,759	4,765	4,770	4,776
89	4,781	4,786	4,792	4,797	4,802	4,808	4,813	4,819	4,824	4,829
90	4,835	4,840	4,845	4,851	4,856	4,861	4,867	4,872	4,878	4,883
91	4,888	4,894	4,899	4,904	4,910	4,915	4,921	4,926	4,931	4,937
92	4,942	4,947	4,953	4,958	4,964	4,969	4,974	4,980	4,985	4,990
93	4,996	5,001	5,007	5,012	5,017	5,023	5,028	5,033	5,039	5,044
94	5,050	5,055	5,060	5,066	5,071	5,076	5,082	5,087	5,092	5,098
95	5,103	5,109	5,114	5,119	5,125	5,130	5,135	5,141	5,146	5,152
96	5,157	5,162	5,168	5,173	5,178	5,184	5,189	5,195	5,200	5,205
97	5,211	5,216	5,221	5,227	5,232	5,238	5,243	5,248	5,254	5,259
98	5,264	5,270	5,275	5,280	5,286	5,291	5,297	5,302	5,307	5,313
99	5,318	5,323	5,329	5,334	5,340	5,345	5,350	5,356	5,361	5,366
100	5,372	5,377	5,383	5,388	5,393	5,399	5,404	5,409	5,415	5,420

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-экв	53,72	107,44	161,15	214,27	268,59	322,31	376,03	429,74	483,46	537,18

$Ae^{3+}$  (эквивалентная масса 8,9938), мг → мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,011	0,022	0,033	0,044	0,056	0,067	0,078	0,089	0,100
1	0,111	0,122	0,133	0,145	0,156	0,167	0,178	0,189	0,200	0,211
2	0,222	0,233	0,245	0,256	0,267	0,278	0,289	0,300	0,311	0,322
3	0,334	0,345	0,356	0,367	0,378	0,389	0,400	0,411	0,422	0,434
4	0,445	0,456	0,467	0,478	0,489	0,500	0,511	0,523	0,534	0,545
5	0,556	0,567	0,578	0,589	0,600	0,612	0,623	0,634	0,645	0,656
6	0,667	0,678	0,689	0,700	0,712	0,723	0,734	0,745	0,756	0,767
7	0,778	0,789	0,801	0,812	0,823	0,834	0,845	0,856	0,867	0,878
8	0,889	0,901	0,912	0,923	0,934	0,945	0,956	0,967	0,978	0,990
9	1,001	1,012	1,023	1,034	1,045	1,056	1,067	1,079	1,090	1,101
10	1,112	1,123	1,134	1,145	1,156	1,167	1,179	1,190	1,201	1,212
11	1,223	1,234	1,245	1,256	1,268	1,279	1,290	1,301	1,312	1,323
12	1,334	1,345	1,356	1,368	1,379	1,390	1,401	1,412	1,423	1,434
13	1,445	1,457	1,468	1,479	1,490	1,501	1,512	1,523	1,534	1,546
14	1,557	1,568	1,579	1,590	1,601	1,612	1,623	1,634	1,645	1,657
15	1,668	1,679	1,690	1,701	1,712	1,723	1,735	1,746	1,757	1,768
16	1,779	1,790	1,801	1,812	1,823	1,835	1,846	1,857	1,868	1,879
17	1,890	1,901	1,912	1,924	1,935	1,946	1,957	1,968	1,979	1,990
18	2,001	2,012	2,024	2,035	2,046	2,057	2,068	2,079	2,091	2,101
19	2,113	2,124	2,135	2,146	2,157	2,168	2,179	2,190	2,201	2,213
20	2,224	2,235	2,246	2,257	2,268	2,279	2,290	2,302	2,313	2,324
21	2,335	2,346	2,357	2,368	2,379	2,391	2,402	2,413	2,424	2,435
22	2,446	2,457	2,468	2,479	2,491	2,502	2,513	2,524	2,535	2,546
23	2,557	2,568	2,580	2,591	2,602	2,613	2,624	2,635	2,646	2,657
24	2,668	2,680	2,691	2,702	2,713	2,724	2,735	2,746	2,757	2,769
25	2,780	2,791	2,802	2,813	2,824	2,835	2,846	2,858	2,869	2,880
26	2,891	2,902	2,913	2,924	2,935	2,946	2,958	2,969	2,980	2,991
27	3,002	3,013	3,024	3,035	3,047	3,058	3,069	3,080	3,091	3,102
28	3,113	3,124	3,135	3,147	3,158	3,169	3,180	3,191	3,202	3,213
29	3,224	3,236	3,247	3,258	3,269	3,280	3,291	3,302	3,313	3,325
30	3,336	3,347	3,358	3,369	3,380	3,391	3,402	3,413	3,425	3,436
31	3,447	3,458	3,469	3,480	3,491	3,502	3,514	3,525	3,536	3,547
32	3,558	3,569	3,580	3,591	3,602	3,614	3,625	3,636	3,647	3,658
33	3,669	3,680	3,691	3,703	3,714	3,725	3,736	3,747	3,758	3,769
34	3,780	3,791	3,803	3,814	3,825	3,836	3,847	3,858	3,869	3,880
35	3,892	3,903	3,914	3,925	3,936	3,947	3,958	3,969	3,981	3,992
36	4,003	4,014	4,025	4,036	4,047	4,058	4,069	4,081	4,092	4,103
37	4,114	4,125	4,136	4,147	4,158	4,170	4,181	4,192	4,203	4,214
38	4,225	4,236	4,247	4,258	4,270	4,281	4,292	4,303	4,314	4,325
39	4,336	4,347	4,359	4,370	4,381	4,392	4,403	4,414	4,425	4,436
40	4,447	4,459	4,470	4,481	4,492	4,503	4,514	4,525	4,536	4,548
41	4,559	4,570	4,581	4,592	4,603	4,614	4,625	4,637	4,648	4,659
42	4,670	4,681	4,692	4,703	4,714	4,725	4,737	4,748	4,759	4,770
43	4,781	4,792	4,803	4,814	4,826	4,837	4,848	4,859	4,870	4,881
44	4,892	4,903	4,914	4,926	4,937	4,948	4,959	4,970	4,981	4,992
45	5,003	5,015	5,026	5,037	5,048	5,059	5,070	5,081	5,092	5,103
46	5,115	5,126	5,137	5,148	5,159	5,170	5,181	5,192	5,204	5,215
47	5,226	5,237	5,248	5,259	5,270	5,281	5,293	5,304	5,315	5,326
48	5,337	5,348	5,359	5,370	5,381	5,393	5,404	5,415	5,426	5,437
49	5,448	5,459	5,470	5,482	5,493	5,504	5,515	5,526	5,537	5,548

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	5,559	5,570	5,582	5,593	5,604	5,615	5,626	5,637	5,648	5,659
51	5,671	5,682	5,693	5,704	5,715	5,726	5,737	5,748	5,760	5,771
52	5,782	5,793	5,804	5,815	5,826	5,837	5,848	5,860	5,871	5,882
53	5,893	5,904	5,915	5,926	5,937	5,949	5,960	5,971	5,982	5,993
54	6,004	6,015	6,026	6,037	6,049	6,060	6,071	6,082	6,093	6,104
55	6,115	6,126	6,138	6,149	6,160	6,171	6,182	6,193	6,204	6,215
56	6,226	6,238	6,249	6,260	6,271	6,282	6,293	6,304	6,315	6,327
57	6,338	6,349	6,360	6,371	6,382	6,393	6,404	6,416	6,427	6,438
58	6,449	6,460	6,471	6,482	6,493	6,504	6,516	6,527	6,538	6,549
59	6,560	6,571	6,582	6,593	6,605	6,616	6,627	6,638	6,649	6,660
60	6,671	6,682	6,693	6,705	6,716	6,727	6,738	6,749	6,760	6,771
61	6,782	6,794	6,805	6,816	6,827	6,838	6,849	6,860	6,871	6,882
62	6,894	6,905	6,916	6,927	6,938	6,949	6,960	6,971	6,983	6,994
63	7,005	7,016	7,027	7,038	7,049	7,061	7,072	7,083	7,094	7,105
64	7,116	7,127	7,138	7,149	7,160	7,172	7,183	7,194	7,205	7,216
65	7,227	7,238	7,249	7,261	7,272	7,283	7,294	7,305	7,316	7,327
66	7,338	7,349	7,361	7,372	7,383	7,394	7,405	7,416	7,427	7,438
67	7,450	7,461	7,472	7,483	7,494	7,505	7,516	7,527	7,539	7,550
68	7,561	7,572	7,583	7,594	7,605	7,616	7,627	7,639	7,650	7,661
69	7,672	7,683	7,694	7,705	7,716	7,728	7,739	7,750	7,761	7,772
70	7,783	7,794	7,805	7,816	7,828	7,839	7,850	7,861	7,872	7,883
71	7,894	7,905	7,917	7,928	7,939	7,950	7,961	7,972	7,983	7,994
72	8,005	8,017	8,028	8,039	8,050	8,061	8,072	8,083	8,094	8,106
73	8,117	8,128	8,139	8,150	8,161	8,172	8,183	8,195	8,206	8,217
74	8,228	8,239	8,250	8,261	8,272	8,283	8,295	8,306	8,317	8,328
75	8,339	8,350	8,361	8,372	8,384	8,395	8,406	8,417	8,428	8,439
76	8,450	8,461	8,472	8,484	8,495	8,506	8,517	8,528	8,539	8,550
77	8,561	8,573	8,584	8,595	8,606	8,617	8,628	8,639	8,650	8,661
78	8,673	8,684	8,695	8,706	8,717	8,728	8,739	8,750	8,762	8,773
79	8,784	8,795	8,806	8,817	8,828	8,839	8,851	8,862	8,873	8,884
80	8,895	8,906	8,917	8,928	8,939	8,950	8,962	8,973	8,984	8,995
81	9,006	9,017	9,028	9,040	9,051	9,062	9,073	9,084	9,095	9,106
82	9,117	9,128	9,140	9,151	9,162	9,173	9,184	9,195	9,206	9,217
83	9,229	9,240	9,251	9,262	9,273	9,284	9,295	9,306	9,317	9,329
84	9,340	9,351	9,362	9,373	9,384	9,395	9,406	9,418	9,429	9,440
85	9,451	9,462	9,473	9,484	9,495	9,506	9,518	9,529	9,540	9,551
86	9,562	9,573	9,584	9,595	9,607	9,618	9,629	9,640	9,651	9,662
87	9,673	9,684	9,696	9,707	9,718	9,729	9,740	9,751	9,762	9,773
88	9,784	9,796	9,807	9,818	9,829	9,840	9,851	9,862	9,873	9,885
89	9,896	9,907	9,918	9,929	9,940	9,951	9,962	9,974	9,985	9,996
90	10,007	10,018	10,029	10,040	10,051	10,062	10,074	10,085	10,096	10,107
91	10,118	10,129	10,140	10,151	10,163	10,174	10,185	10,196	10,207	10,218
92	10,229	10,240	10,251	10,263	10,274	10,285	10,296	10,307	10,318	10,329
93	10,340	10,352	10,363	10,374	10,385	10,396	10,407	10,418	10,429	10,440
94	10,452	10,463	10,474	10,485	10,496	10,507	10,518	10,529	10,541	10,552
95	10,563	10,574	10,585	10,596	10,607	10,618	10,630	10,641	10,652	10,663
96	10,674	10,685	10,696	10,707	10,718	10,730	10,741	10,752	10,763	10,774
97	10,785	10,796	10,807	10,819	10,830	10,841	10,852	10,863	10,874	10,885
98	10,896	10,907	10,919	10,930	10,941	10,952	10,963	10,974	10,985	10,996
99	11,008	11,019	11,030	11,041	11,052	11,063	11,074	11,085	11,096	11,108
100	11,119	11,130	11,141	11,152	11,163	11,174	11,185	11,197	11,208	11,219

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-экв	111,19	222,37	333,56	444,75	555,94	667,12	778,31	889,50	1000,69	1111,87

$Zn^{2+}$  (эквивалентная масса 32,685), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,003	0,006	0,009	0,012	0,015	0,018	0,021	0,024	0,028
1	0,031	0,034	0,037	0,040	0,043	0,046	0,049	0,052	0,055	0,058
2	0,061	0,064	0,067	0,070	0,073	0,076	0,080	0,083	0,086	0,089
3	0,092	0,095	0,098	0,101	0,104	0,107	0,110	0,113	0,116	0,119
4	0,122	0,125	0,128	0,132	0,135	0,138	0,141	0,144	0,147	0,150
5	0,153	0,156	0,159	0,162	0,165	0,168	0,171	0,174	0,177	0,181
6	0,184	0,187	0,190	0,193	0,196	0,199	0,202	0,205	0,208	0,211
7	0,214	0,217	0,220	0,223	0,226	0,229	0,233	0,236	0,238	0,242
8	0,245	0,248	0,251	0,254	0,257	0,260	0,263	0,266	0,269	0,272
9	0,275	0,278	0,281	0,285	0,288	0,291	0,294	0,297	0,300	0,303
10	0,306	0,309	0,312	0,315	0,318	0,321	0,324	0,327	0,330	0,333

мг	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
мг-экв	3,06	6,12	9,18	12,24	15,30	18,36	21,42	24,48	27,54	30,60

$Cu^{2+}$  (эквивалентная масса 31,773), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,003	0,006	0,009	0,013	0,016	0,019	0,022	0,025	0,028
1	0,031	0,035	0,038	0,041	0,044	0,047	0,050	0,054	0,057	0,060
2	0,063	0,066	0,069	0,072	0,076	0,079	0,082	0,085	0,088	0,091
3	0,094	0,098	0,101	0,104	0,107	0,110	0,113	0,116	0,120	0,123
4	0,126	0,129	0,132	0,135	0,138	0,142	0,145	0,148	0,151	0,154
5	0,157	0,161	0,164	0,167	0,170	0,173	0,176	0,179	0,183	0,186
6	0,189	0,192	0,195	0,198	0,201	0,205	0,208	0,211	0,214	0,217
7	0,220	0,223	0,227	0,230	0,233	0,236	0,239	0,242	0,246	0,249
8	0,252	0,255	0,258	0,261	0,264	0,268	0,271	0,274	0,277	0,280
9	0,283	0,286	0,290	0,293	0,296	0,299	0,302	0,305	0,308	0,312
10	0,315	0,318	0,321	0,324	0,327	0,331	0,334	0,337	0,340	0,343

мг	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
мг-экв	3,15	6,30	9,44	12,59	15,74	18,89	22,03	25,18	28,33	31,48

Сл<sup>-</sup> (эквивалентная масса 35,453), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,003	0,006	0,008	0,011	0,014	0,017	0,020	0,023	0,025
1	0,028	0,031	0,034	0,037	0,039	0,042	0,045	0,048	0,051	0,054
2	0,056	0,059	0,062	0,065	0,068	0,071	0,073	0,076	0,079	0,082
3	0,085	0,087	0,090	0,093	0,096	0,099	0,102	0,104	0,107	0,110
4	0,113	0,116	0,118	0,121	0,124	0,127	0,130	0,133	0,135	0,138
5	0,141	0,144	0,147	0,149	0,152	0,155	0,158	0,161	0,164	0,166
6	0,169	0,172	0,175	0,178	0,181	0,183	0,186	0,189	0,192	0,195
7	0,197	0,200	0,203	0,206	0,209	0,212	0,214	0,217	0,220	0,223
8	0,226	0,228	0,231	0,234	0,237	0,240	0,243	0,245	0,248	0,251
9	0,254	0,257	0,259	0,262	0,265	0,268	0,271	0,274	0,276	0,279
10	0,282	0,285	0,288	0,291	0,293	0,296	0,299	0,302	0,305	0,307
11	0,310	0,313	0,316	0,319	0,322	0,324	0,327	0,330	0,333	0,336
12	0,338	0,341	0,344	0,347	0,350	0,353	0,355	0,358	0,361	0,364
13	0,367	0,370	0,372	0,375	0,378	0,381	0,384	0,386	0,389	0,392
14	0,395	0,398	0,401	0,403	0,406	0,409	0,412	0,415	0,417	0,420
15	0,423	0,426	0,429	0,432	0,434	0,437	0,440	0,443	0,446	0,448
16	0,451	0,454	0,457	0,460	0,463	0,465	0,468	0,471	0,474	0,477
17	0,480	0,482	0,485	0,488	0,491	0,494	0,496	0,499	0,502	0,505
18	0,508	0,511	0,513	0,516	0,519	0,522	0,525	0,527	0,530	0,533
19	0,536	0,539	0,542	0,544	0,547	0,550	0,553	0,556	0,558	0,561
20	0,564	0,567	0,570	0,573	0,575	0,578	0,581	0,584	0,587	0,590
21	0,592	0,595	0,598	0,601	0,604	0,606	0,609	0,612	0,615	0,618
22	0,621	0,623	0,626	0,629	0,632	0,635	0,637	0,640	0,643	0,646
23	0,649	0,652	0,654	0,657	0,660	0,663	0,666	0,668	0,671	0,674
24	0,677	0,680	0,683	0,685	0,688	0,691	0,694	0,697	0,700	0,702
25	0,705	0,708	0,711	0,714	0,716	0,719	0,722	0,725	0,728	0,731
26	0,733	0,736	0,739	0,742	0,745	0,747	0,750	0,753	0,756	0,759
27	0,762	0,764	0,767	0,770	0,773	0,776	0,778	0,781	0,784	0,787
28	0,790	0,793	0,795	0,798	0,801	0,804	0,807	0,810	0,812	0,815
29	0,818	0,821	0,824	0,826	0,829	0,832	0,835	0,838	0,841	0,843
30	0,846	0,849	0,852	0,855	0,857	0,860	0,863	0,866	0,869	0,872
31	0,874	0,877	0,880	0,883	0,886	0,889	0,891	0,894	0,897	0,900
32	0,903	0,905	0,908	0,911	0,914	0,917	0,920	0,922	0,925	0,928
33	0,931	0,934	0,936	0,939	0,942	0,945	0,948	0,951	0,953	0,956
34	0,959	0,962	0,965	0,967	0,970	0,973	0,976	0,979	0,982	0,984
35	0,987	0,990	0,993	0,996	0,999	1,001	1,004	1,007	1,010	1,013
36	1,015	1,018	1,021	1,024	1,027	1,030	1,032	1,035	1,038	1,041
37	1,044	1,046	1,049	1,052	1,055	1,058	1,061	1,063	1,066	1,069
38	1,072	1,075	1,077	1,080	1,083	1,086	1,089	1,092	1,094	1,097
39	1,100	1,103	1,106	1,109	1,111	1,114	1,117	1,120	1,123	1,125
40	1,128	1,131	1,134	1,137	1,140	1,142	1,145	1,148	1,151	1,154
41	1,156	1,159	1,162	1,165	1,168	1,171	1,173	1,176	1,179	1,182
42	1,185	1,187	1,190	1,193	1,196	1,199	1,202	1,204	1,207	1,210
43	1,213	1,216	1,219	1,221	1,224	1,227	1,230	1,232	1,235	1,238
44	1,241	1,244	1,247	1,250	1,252	1,255	1,259	1,261	1,264	1,266
45	1,269	1,272	1,275	1,278	1,281	1,283	1,286	1,289	1,292	1,295
46	1,297	1,300	1,303	1,306	1,309	1,312	1,314	1,317	1,320	1,323
47	1,326	1,329	1,331	1,334	1,337	1,340	1,343	1,345	1,348	1,351
48	1,354	1,357	1,360	1,362	1,365	1,368	1,371	1,374	1,376	1,379
49	1,382	1,385	1,388	1,391	1,393	1,396	1,399	1,402	1,405	1,407

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	1,410	1,413	1,416	1,419	1,422	1,424	1,427	1,430	1,433	1,436
51	1,439	1,441	1,444	1,447	1,450	1,453	1,455	1,458	1,461	1,464
52	1,467	1,470	1,472	1,475	1,478	1,481	1,484	1,486	1,489	1,492
53	1,495	1,498	1,501	1,503	1,506	1,509	1,512	1,515	1,518	1,520
54	1,523	1,526	1,529	1,532	1,534	1,537	1,540	1,543	1,546	1,549
55	1,551	1,554	1,557	1,560	1,563	1,565	1,568	1,571	1,574	1,577
56	1,580	1,582	1,585	1,588	1,591	1,594	1,596	1,599	1,602	1,605
57	1,608	1,611	1,613	1,616	1,619	1,622	1,625	1,628	1,630	1,633
58	1,636	1,639	1,642	1,644	1,647	1,650	1,653	1,656	1,659	1,661
59	1,664	1,667	1,670	1,673	1,675	1,678	1,681	1,684	1,687	1,690
60	1,692	1,695	1,698	1,701	1,704	1,706	1,709	1,712	1,715	1,718
61	1,721	1,723	1,726	1,729	1,732	1,735	1,738	1,740	1,743	1,746
62	1,749	1,752	1,754	1,757	1,760	1,763	1,766	1,769	1,771	1,774
63	1,777	1,780	1,783	1,785	1,788	1,791	1,794	1,797	1,800	1,802
64	1,805	1,808	1,811	1,814	1,816	1,819	1,822	1,825	1,828	1,831
65	1,833	1,836	1,839	1,842	1,845	1,848	1,850	1,853	1,856	1,859
66	1,862	1,864	1,867	1,870	1,873	1,876	1,879	1,881	1,884	1,887
67	1,890	1,893	1,895	1,898	1,901	1,904	1,907	1,910	1,912	1,915
68	1,918	1,921	1,924	1,926	1,929	1,932	1,935	1,938	1,941	1,943
69	1,946	1,949	1,955	1,958	1,958	1,960	1,963	1,966	1,969	1,972
70	1,974	1,977	1,980	1,983	1,986	1,989	1,991	1,994	1,997	2,000
71	2,003	2,005	2,008	2,011	2,014	2,017	2,020	2,022	2,025	2,028
72	2,031	2,034	2,036	2,039	2,042	2,045	2,048	2,051	2,053	2,056
73	2,059	2,062	2,065	2,068	2,070	2,073	2,076	2,079	2,082	2,084
74	2,087	2,090	2,093	2,096	2,099	2,101	2,104	2,107	2,110	2,113
75	2,115	2,118	2,121	2,124	2,127	2,130	2,132	2,135	2,138	2,141
76	2,144	2,147	2,149	2,152	2,155	2,158	2,161	2,163	2,166	2,169
77	2,172	2,175	2,178	2,180	2,183	2,186	2,189	2,192	2,194	2,197
78	2,200	2,203	2,206	2,209	2,211	2,214	2,217	2,220	2,223	2,225
79	2,228	2,231	2,234	2,237	2,240	2,242	2,245	2,248	2,251	2,254
80	2,257	2,259	2,262	2,265	2,268	2,271	2,273	2,276	2,279	2,282
81	2,285	2,288	2,290	2,293	2,296	2,299	2,302	2,304	2,307	2,310
82	2,313	2,316	2,319	2,321	2,324	2,327	2,330	2,333	2,335	2,338
83	2,341	2,344	2,347	2,350	2,352	2,355	2,358	2,361	2,364	2,367
84	2,369	2,372	2,375	2,378	2,381	2,383	2,386	2,389	2,392	2,395
85	2,398	2,400	2,403	2,406	2,409	2,412	2,414	2,417	2,420	2,423
86	2,426	2,429	2,431	2,434	2,437	2,440	2,443	2,445	2,448	2,451
87	2,454	2,457	2,460	2,462	2,465	2,468	2,471	2,474	2,477	2,479
88	2,482	2,485	2,488	2,491	2,493	2,496	2,499	2,502	2,505	2,508
89	2,510	2,513	2,516	2,519	2,522	2,524	2,527	2,530	2,533	2,536
90	2,539	2,541	2,544	2,547	2,550	2,553	2,555	2,558	2,561	2,564
91	2,567	2,570	2,572	2,575	2,578	2,581	2,584	2,587	2,589	2,592
92	2,595	2,598	2,601	2,603	2,606	2,609	2,612	2,615	2,618	2,620
93	2,623	2,626	2,629	2,632	2,634	2,637	2,640	2,643	2,646	2,649
94	2,651	2,654	2,657	2,660	2,663	2,666	2,668	2,671	2,674	2,677
95	2,680	2,682	2,685	2,688	2,691	2,694	2,697	2,699	2,702	2,705
96	2,708	2,711	2,713	2,716	2,719	2,722	2,725	2,728	2,730	2,733
97	2,736	2,739	2,742	2,744	2,747	2,750	2,753	2,756	2,759	2,761
98	2,764	2,767	2,770	2,773	2,776	2,778	2,781	2,784	2,787	2,790
99	2,792	2,795	2,798	2,801	2,804	2,807	2,809	2,812	2,815	2,818
100	2,821	2,823	2,826	2,829	2,832	2,835	2,838	2,840	2,843	2,846

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-экв	28,205	56,412	84,618	112,825	141,128	169,238	197,445	225,650	253,858	282,064



$SO_2$  (эквивалентная масса 48,0308), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,002	0,004	0,006	0,008	0,010	0,012	0,015	0,017	0,019
1	0,021	0,023	0,025	0,027	0,029	0,031	0,033	0,035	0,037	0,040
2	0,042	0,044	0,046	0,048	0,050	0,052	0,054	0,056	0,058	0,060
3	0,062	0,065	0,067	0,069	0,071	0,073	0,075	0,077	0,079	0,081
4	0,083	0,085	0,087	0,090	0,092	0,094	0,096	0,098	0,100	0,102
5	0,104	0,106	0,108	0,110	0,112	0,115	0,117	0,119	0,121	0,123
6	0,125	0,127	0,129	0,131	0,133	0,135	0,137	0,139	0,142	0,144
7	0,146	0,148	0,150	0,152	0,154	0,156	0,158	0,160	0,162	0,164
8	0,167	0,169	0,171	0,173	0,175	0,177	0,179	0,181	0,183	0,185
9	0,187	0,189	0,192	0,194	0,196	0,198	0,200	0,202	0,204	0,206
10	0,208	0,210	0,212	0,214	0,217	0,219	0,221	0,223	0,225	0,227
11	0,229	0,231	0,233	0,235	0,237	0,239	0,242	0,244	0,246	0,248
12	0,250	0,252	0,254	0,256	0,258	0,260	0,262	0,264	0,266	0,269
13	0,271	0,273	0,275	0,277	0,279	0,281	0,283	0,285	0,287	0,289
14	0,291	0,294	0,296	0,298	0,300	0,302	0,304	0,306	0,308	0,310
15	0,312	0,314	0,316	0,319	0,321	0,323	0,325	0,327	0,329	0,331
16	0,333	0,335	0,337	0,339	0,341	0,344	0,346	0,348	0,350	0,352
17	0,354	0,356	0,358	0,360	0,362	0,364	0,366	0,369	0,371	0,373
18	0,375	0,377	0,379	0,381	0,383	0,385	0,387	0,389	0,391	0,393
19	0,396	0,398	0,400	0,402	0,404	0,406	0,408	0,410	0,412	0,414
20	0,416	0,418	0,421	0,423	0,425	0,427	0,429	0,431	0,433	0,435
21	0,437	0,439	0,441	0,443	0,446	0,448	0,450	0,452	0,454	0,456
22	0,458	0,460	0,462	0,464	0,466	0,468	0,471	0,473	0,475	0,477
23	0,479	0,481	0,483	0,485	0,487	0,489	0,491	0,493	0,496	0,498
24	0,500	0,502	0,504	0,506	0,508	0,510	0,512	0,514	0,516	0,518
25	0,520	0,523	0,525	0,527	0,529	0,531	0,533	0,535	0,537	0,539
26	0,541	0,543	0,545	0,548	0,550	0,552	0,554	0,556	0,558	0,560
27	0,562	0,564	0,566	0,568	0,570	0,573	0,575	0,577	0,579	0,581
28	0,583	0,585	0,587	0,589	0,591	0,593	0,595	0,598	0,600	0,602
29	0,604	0,606	0,608	0,610	0,612	0,614	0,616	0,618	0,620	0,623
30	0,625	0,627	0,629	0,631	0,633	0,635	0,637	0,639	0,641	0,643
31	0,645	0,648	0,650	0,652	0,654	0,656	0,658	0,660	0,662	0,664
32	0,666	0,668	0,670	0,672	0,675	0,677	0,679	0,681	0,683	0,685
33	0,687	0,689	0,691	0,693	0,695	0,697	0,700	0,702	0,704	0,706
34	0,708	0,710	0,712	0,714	0,716	0,718	0,720	0,722	0,725	0,727
35	0,729	0,731	0,733	0,735	0,737	0,739	0,741	0,743	0,745	0,747
36	0,750	0,752	0,754	0,756	0,758	0,760	0,762	0,764	0,766	0,768
37	0,770	0,772	0,775	0,777	0,779	0,781	0,783	0,785	0,787	0,789
38	0,791	0,793	0,795	0,797	0,799	0,802	0,804	0,806	0,808	0,810
39	0,812	0,814	0,816	0,818	0,820	0,822	0,824	0,827	0,829	0,831
40	0,833	0,835	0,837	0,839	0,841	0,843	0,845	0,847	0,849	0,852
41	0,854	0,856	0,858	0,860	0,862	0,864	0,866	0,868	0,870	0,872
42	0,874	0,877	0,879	0,881	0,883	0,885	0,887	0,889	0,891	0,893
43	0,895	0,897	0,899	0,902	0,904	0,906	0,908	0,910	0,912	0,914
44	0,916	0,918	0,920	0,922	0,924	0,926	0,929	0,931	0,933	0,935
45	0,937	0,939	0,941	0,943	0,945	0,947	0,949	0,951	0,954	0,956
46	0,958	0,960	0,962	0,964	0,966	0,968	0,970	0,972	0,974	0,976
47	0,979	0,981	0,983	0,985	0,987	0,989	0,991	0,993	0,995	0,997
48	0,999	1,001	1,004	1,006	1,008	1,010	1,012	1,014	1,016	1,018
49	1,020	1,022	1,024	1,026	1,029	1,031	1,033	1,035	1,037	1,039

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	1,041	1,043	1,045	1,047	1,049	1,051	1,053	1,055	1,058	1,060
51	1,062	1,064	1,066	1,068	1,070	1,072	1,074	1,076	1,078	1,081
52	1,083	1,085	1,087	1,089	1,091	1,093	1,095	1,097	1,099	1,102
53	1,103	1,106	1,108	1,110	1,112	1,114	1,116	1,118	1,120	1,122
54	1,124	1,126	1,128	1,131	1,133	1,135	1,137	1,139	1,141	1,143
55	1,145	1,147	1,149	1,151	1,153	1,155	1,158	1,160	1,162	1,164
56	1,166	1,168	1,170	1,172	1,174	1,176	1,178	1,180	1,183	1,185
57	1,187	1,189	1,191	1,193	1,195	1,197	1,199	1,201	1,203	1,205
58	1,208	1,210	1,212	1,214	1,216	1,218	1,220	1,222	1,224	1,226
59	1,228	1,230	1,233	1,235	1,237	1,239	1,241	1,243	1,245	1,247
60	1,249	1,251	1,253	1,255	1,258	1,260	1,262	1,264	1,266	1,268
61	1,270	1,272	1,274	1,276	1,278	1,280	1,283	1,285	1,287	1,289
62	1,291	1,293	1,295	1,297	1,299	1,301	1,303	1,305	1,307	1,310
63	1,312	1,314	1,316	1,318	1,320	1,322	1,324	1,326	1,328	1,330
64	1,332	1,335	1,337	1,339	1,341	1,343	1,345	1,347	1,349	1,351
65	1,353	1,355	1,357	1,360	1,362	1,364	1,366	1,368	1,370	1,372
66	1,374	1,376	1,378	1,380	1,382	1,385	1,387	1,389	1,391	1,393
67	1,395	1,397	1,399	1,401	1,403	1,405	1,407	1,410	1,412	1,414
68	1,416	1,418	1,420	1,422	1,424	1,426	1,428	1,430	1,432	1,434
69	1,437	1,439	1,441	1,443	1,445	1,447	1,449	1,451	1,453	1,455
70	1,457	1,459	1,462	1,464	1,466	1,468	1,470	1,472	1,474	1,476
71	1,478	1,480	1,482	1,484	1,487	1,489	1,491	1,493	1,495	1,497
72	1,499	1,501	1,503	1,505	1,507	1,509	1,512	1,514	1,516	1,518
73	1,520	1,522	1,524	1,526	1,528	1,530	1,532	1,534	1,537	1,539
74	1,541	1,543	1,545	1,547	1,549	1,551	1,553	1,555	1,557	1,559
75	1,561	1,564	1,566	1,568	1,570	1,572	1,574	1,576	1,578	1,580
76	1,582	1,584	1,586	1,589	1,591	1,593	1,595	1,597	1,599	1,601
77	1,603	1,605	1,607	1,609	1,611	1,614	1,616	1,618	1,620	1,622
78	1,624	1,626	1,628	1,630	1,632	1,634	1,636	1,639	1,641	1,643
79	1,645	1,647	1,649	1,651	1,653	1,655	1,657	1,659	1,661	1,664
80	1,666	1,668	1,670	1,672	1,674	1,676	1,678	1,680	1,682	1,684
81	1,686	1,688	1,691	1,693	1,695	1,697	1,699	1,701	1,703	1,705
82	1,707	1,709	1,711	1,713	1,716	1,718	1,720	1,722	1,724	1,726
83	1,728	1,730	1,732	1,734	1,736	1,738	1,741	1,743	1,745	1,747
84	1,749	1,751	1,753	1,755	1,757	1,759	1,761	1,763	1,766	1,768
85	1,770	1,772	1,774	1,776	1,778	1,780	1,782	1,784	1,786	1,788
86	1,791	1,793	1,795	1,797	1,799	1,801	1,803	1,805	1,807	1,809
87	1,811	1,813	1,816	1,818	1,820	1,822	1,824	1,825	1,828	1,830
88	1,832	1,834	1,836	1,838	1,840	1,843	1,845	1,847	1,849	1,851
89	1,853	1,855	1,857	1,859	1,861	1,863	1,865	1,868	1,870	1,872
90	1,874	1,876	1,878	1,880	1,882	1,884	1,886	1,888	1,890	1,893
91	1,895	1,897	1,899	1,901	1,903	1,905	1,907	1,909	1,911	1,913
92	1,915	1,918	1,920	1,922	1,924	1,926	1,928	1,930	1,932	1,934
93	1,936	1,938	1,940	1,943	1,945	1,947	1,949	1,951	1,953	1,955
94	1,957	1,959	1,961	1,963	1,965	1,967	1,970	1,972	1,974	1,976
95	1,978	1,980	1,982	1,984	1,986	1,988	1,990	1,992	1,995	1,997
96	1,999	2,001	2,003	2,005	2,007	2,009	2,011	2,013	2,015	2,017
97	2,020	2,022	2,024	2,026	2,028	2,030	2,032	2,034	2,036	2,038
98	2,040	2,042	2,045	2,047	2,049	2,051	2,053	2,055	2,057	2,059
99	2,061	2,063	2,065	2,067	2,070	2,072	2,074	2,076	2,078	2,081
100	2,082	2,084	2,086	2,088	2,090	2,092	2,094	2,097	2,099	2,101

кг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10000
кг-ден	20,820	41,640	62,460	83,280	104,100	124,920	145,740	166,560	187,380	208,200

$\text{HCO}_3^-$  (эквивалентная масса 61,0173), мг → мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,002	0,003	0,005	0,007	0,008	0,010	0,011	0,013	0,015
1	0,016	0,018	0,020	0,021	0,023	0,025	0,026	0,028	0,029	0,031
2	0,033	0,034	0,036	0,038	0,039	0,041	0,043	0,044	0,046	0,048
3	0,049	0,051	0,052	0,054	0,056	0,057	0,059	0,061	0,062	0,064
4	0,066	0,067	0,069	0,070	0,072	0,074	0,075	0,077	0,079	0,080
5	0,082	0,084	0,085	0,087	0,088	0,090	0,092	0,093	0,095	0,097
6	0,098	0,100	0,102	0,103	0,105	0,107	0,108	0,110	0,111	0,113
7	0,115	0,116	0,118	0,120	0,121	0,123	0,125	0,126	0,128	0,129
8	0,131	0,133	0,134	0,136	0,138	0,139	0,141	0,143	0,144	0,146
9	0,147	0,149	0,151	0,152	0,154	0,156	0,157	0,159	0,161	0,162
10	0,164	0,166	0,167	0,169	0,170	0,172	0,174	0,175	0,177	0,179
11	0,180	0,182	0,184	0,185	0,187	0,188	0,190	0,192	0,193	0,195
12	0,197	0,198	0,200	0,202	0,203	0,205	0,206	0,208	0,210	0,211
13	0,213	0,215	0,216	0,218	0,220	0,221	0,223	0,225	0,226	0,228
14	0,229	0,231	0,233	0,234	0,236	0,238	0,239	0,241	0,243	0,244
15	0,246	0,247	0,249	0,251	0,252	0,254	0,256	0,257	0,259	0,261
16	0,262	0,264	0,265	0,267	0,269	0,270	0,272	0,274	0,275	0,277
17	0,279	0,280	0,282	0,284	0,285	0,287	0,288	0,290	0,292	0,293
18	0,295	0,297	0,298	0,300	0,302	0,303	0,305	0,306	0,308	0,310
19	0,311	0,313	0,315	0,316	0,318	0,320	0,321	0,323	0,324	0,326
20	0,328	0,329	0,331	0,333	0,334	0,336	0,338	0,339	0,341	0,343
21	0,344	0,346	0,347	0,349	0,351	0,352	0,354	0,356	0,357	0,359
22	0,361	0,362	0,364	0,366	0,367	0,369	0,370	0,372	0,374	0,375
23	0,377	0,379	0,380	0,382	0,383	0,385	0,387	0,388	0,390	0,392
24	0,393	0,395	0,397	0,398	0,400	0,402	0,403	0,405	0,406	0,408
25	0,410	0,411	0,413	0,415	0,416	0,418	0,420	0,421	0,423	0,424
26	0,426	0,428	0,429	0,431	0,433	0,434	0,436	0,438	0,439	0,441
27	0,442	0,444	0,446	0,447	0,449	0,451	0,452	0,454	0,456	0,457
28	0,459	0,461	0,462	0,464	0,465	0,467	0,469	0,470	0,472	0,474
29	0,475	0,477	0,479	0,480	0,482	0,483	0,485	0,487	0,488	0,490
30	0,492	0,493	0,495	0,497	0,498	0,500	0,501	0,503	0,505	0,506
31	0,508	0,510	0,511	0,513	0,515	0,516	0,518	0,520	0,521	0,523
32	0,524	0,526	0,528	0,529	0,531	0,533	0,534	0,536	0,538	0,539
33	0,541	0,542	0,544	0,546	0,547	0,549	0,551	0,552	0,554	0,556
34	0,557	0,559	0,560	0,562	0,564	0,565	0,567	0,569	0,570	0,572
35	0,574	0,575	0,577	0,579	0,580	0,582	0,583	0,585	0,587	0,588
36	0,590	0,592	0,593	0,595	0,597	0,598	0,600	0,601	0,603	0,605
37	0,606	0,608	0,610	0,611	0,613	0,615	0,616	0,618	0,619	0,621
38	0,623	0,624	0,626	0,628	0,629	0,631	0,633	0,634	0,636	0,638
39	0,639	0,641	0,642	0,644	0,646	0,647	0,649	0,651	0,652	0,654
40	0,656	0,657	0,659	0,660	0,662	0,664	0,665	0,667	0,669	0,670
41	0,672	0,674	0,675	0,677	0,678	0,680	0,682	0,683	0,685	0,687
42	0,688	0,690	0,692	0,693	0,695	0,697	0,698	0,700	0,701	0,703
43	0,705	0,706	0,708	0,710	0,711	0,713	0,715	0,716	0,718	0,719
44	0,721	0,723	0,724	0,726	0,728	0,729	0,731	0,733	0,734	0,736
45	0,737	0,739	0,741	0,742	0,744	0,746	0,747	0,749	0,751	0,752
46	0,754	0,756	0,757	0,759	0,760	0,762	0,764	0,765	0,767	0,769
47	0,770	0,772	0,774	0,775	0,777	0,778	0,780	0,782	0,783	0,785
48	0,787	0,788	0,790	0,792	0,793	0,795	0,796	0,798	0,800	0,801
49	0,803	0,805	0,806	0,808	0,810	0,811	0,813	0,815	0,816	0,818

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	0,819	0,821	0,823	0,824	0,826	0,828	0,829	0,831	0,833	0,834
51	0,836	0,837	0,839	0,841	0,842	0,844	0,846	0,847	0,849	0,851
52	0,852	0,854	0,855	0,857	0,859	0,860	0,862	0,864	0,865	0,867
53	0,869	0,870	0,872	0,874	0,875	0,877	0,878	0,880	0,882	0,883
54	0,885	0,887	0,888	0,890	0,892	0,893	0,895	0,896	0,898	0,900
55	0,901	0,903	0,905	0,906	0,908	0,910	0,911	0,913	0,914	0,916
56	0,918	0,919	0,921	0,923	0,924	0,926	0,928	0,929	0,931	0,933
57	0,934	0,936	0,937	0,939	0,941	0,942	0,944	0,946	0,947	0,949
58	0,951	0,952	0,954	0,955	0,957	0,959	0,960	0,962	0,964	0,965
59	0,967	0,969	0,970	0,972	0,973	0,975	0,977	0,978	0,980	0,982
60	0,983	0,985	0,987	0,988	0,990	0,992	0,993	0,995	0,996	0,998
61	1,000	1,001	1,003	1,005	1,006	1,008	1,010	1,011	1,013	1,014
62	1,016	1,018	1,019	1,021	1,023	1,024	1,026	1,028	1,029	1,031
63	1,032	1,034	1,036	1,037	1,039	1,041	1,042	1,044	1,046	1,047
64	1,049	1,051	1,052	1,054	1,055	1,057	1,059	1,060	1,062	1,064
65	1,065	1,067	1,069	1,070	1,072	1,073	1,075	1,077	1,078	1,080
66	1,082	1,083	1,085	1,087	1,088	1,090	1,091	1,093	1,095	1,096
67	1,098	1,100	1,101	1,103	1,105	1,106	1,108	1,110	1,111	1,113
68	1,114	1,116	1,118	1,119	1,121	1,123	1,124	1,126	1,128	1,129
69	1,131	1,132	1,134	1,136	1,137	1,139	1,141	1,142	1,144	1,146
70	1,147	1,149	1,150	1,152	1,154	1,155	1,157	1,159	1,160	1,162
71	1,164	1,165	1,167	1,169	1,170	1,172	1,173	1,175	1,177	1,178
72	1,180	1,182	1,183	1,185	1,187	1,188	1,190	1,191	1,193	1,195
73	1,196	1,198	1,200	1,201	1,203	1,205	1,206	1,208	1,209	1,211
74	1,213	1,214	1,216	1,218	1,219	1,221	1,223	1,224	1,226	1,228
75	1,229	1,231	1,232	1,234	1,236	1,237	1,239	1,241	1,242	1,244
76	1,246	1,247	1,249	1,250	1,252	1,254	1,255	1,257	1,259	1,260
77	1,262	1,264	1,265	1,267	1,268	1,270	1,272	1,273	1,275	1,277
78	1,278	1,280	1,282	1,283	1,285	1,287	1,288	1,290	1,291	1,293
79	1,295	1,296	1,298	1,300	1,301	1,303	1,305	1,306	1,308	1,309
80	1,311	1,313	1,314	1,316	1,318	1,319	1,321	1,323	1,324	1,325
81	1,327	1,329	1,331	1,332	1,334	1,336	1,337	1,339	1,341	1,342
82	1,344	1,346	1,347	1,349	1,350	1,352	1,354	1,355	1,357	1,359
83	1,360	1,362	1,364	1,365	1,367	1,368	1,370	1,372	1,373	1,375
84	1,377	1,378	1,380	1,382	1,383	1,385	1,386	1,388	1,390	1,391
85	1,393	1,395	1,396	1,398	1,400	1,401	1,403	1,405	1,406	1,408
86	1,409	1,411	1,413	1,414	1,416	1,418	1,419	1,421	1,423	1,424
87	1,426	1,427	1,429	1,431	1,432	1,434	1,436	1,437	1,439	1,441
88	1,442	1,444	1,445	1,447	1,449	1,450	1,452	1,454	1,455	1,457
89	1,459	1,460	1,462	1,464	1,465	1,467	1,468	1,470	1,472	1,473
90	1,475	1,477	1,478	1,480	1,482	1,483	1,485	1,486	1,488	1,490
91	1,491	1,493	1,495	1,496	1,498	1,500	1,501	1,503	1,504	1,506
92	1,508	1,509	1,511	1,513	1,514	1,516	1,518	1,519	1,521	1,523
93	1,524	1,526	1,527	1,529	1,531	1,532	1,534	1,536	1,537	1,539
94	1,541	1,542	1,544	1,545	1,547	1,549	1,550	1,552	1,554	1,555
95	1,557	1,559	1,560	1,562	1,563	1,565	1,567	1,568	1,570	1,572
96	1,573	1,575	1,577	1,578	1,580	1,582	1,583	1,585	1,586	1,588
97	1,590	1,591	1,593	1,595	1,596	1,598	1,600	1,601	1,603	1,604
98	1,606	1,608	1,609	1,611	1,613	1,614	1,616	1,618	1,619	1,621
99	1,622	1,624	1,626	1,627	1,629	1,631	1,632	1,634	1,636	1,637
100	1,639	1,641	1,642	1,644	1,645	1,647	1,649	1,650	1,652	1,654

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-экв	16,39	32,78	49,17	65,56	81,94	98,33	114,72	131,11	147,50	163,89

$\text{CO}_2^-$  (эквивалентная масса 30,0047), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,003	0,007	0,010	0,013	0,017	0,020	0,023	0,027	0,030
1	0,033	0,037	0,040	0,043	0,047	0,050	0,053	0,057	0,060	0,063
2	0,067	0,070	0,073	0,077	0,080	0,083	0,087	0,090	0,093	0,097
3	0,100	0,103	0,107	0,110	0,113	0,117	0,120	0,123	0,127	0,130
4	0,133	0,137	0,140	0,143	0,147	0,150	0,153	0,157	0,160	0,163
5	0,167	0,170	0,173	0,177	0,180	0,183	0,187	0,190	0,193	0,197
6	0,200	0,203	0,207	0,210	0,213	0,217	0,220	0,223	0,227	0,230
7	0,233	0,237	0,240	0,243	0,247	0,250	0,253	0,257	0,260	0,263
8	0,267	0,270	0,273	0,277	0,280	0,283	0,287	0,290	0,293	0,297
9	0,300	0,303	0,307	0,310	0,313	0,317	0,320	0,323	0,327	0,330
10	0,333	0,337	0,340	0,343	0,347	0,350	0,353	0,357	0,360	0,363
11	0,367	0,370	0,373	0,377	0,380	0,383	0,387	0,390	0,393	0,397
12	0,400	0,403	0,407	0,410	0,413	0,417	0,420	0,423	0,427	0,430
13	0,433	0,437	0,440	0,443	0,447	0,450	0,453	0,457	0,460	0,463
14	0,467	0,470	0,473	0,477	0,480	0,483	0,487	0,490	0,493	0,497
15	0,500	0,503	0,507	0,510	0,513	0,517	0,520	0,523	0,527	0,530
16	0,533	0,537	0,540	0,543	0,547	0,550	0,553	0,557	0,560	0,563
17	0,567	0,570	0,573	0,577	0,580	0,583	0,587	0,590	0,593	0,597
18	0,600	0,603	0,607	0,610	0,613	0,617	0,620	0,623	0,627	0,630
19	0,633	0,637	0,640	0,643	0,647	0,650	0,653	0,657	0,660	0,663
20	0,667	0,670	0,673	0,677	0,680	0,683	0,687	0,690	0,693	0,697
21	0,700	0,703	0,707	0,710	0,713	0,717	0,720	0,723	0,727	0,730
22	0,733	0,737	0,740	0,743	0,747	0,750	0,753	0,757	0,760	0,763
23	0,767	0,770	0,773	0,777	0,780	0,783	0,787	0,790	0,793	0,797
24	0,800	0,803	0,807	0,810	0,813	0,817	0,820	0,823	0,827	0,830
25	0,833	0,837	0,840	0,843	0,847	0,850	0,853	0,857	0,860	0,863
26	0,867	0,870	0,873	0,877	0,880	0,883	0,887	0,890	0,893	0,897
27	0,900	0,903	0,907	0,910	0,913	0,917	0,920	0,923	0,927	0,930
28	0,933	0,937	0,940	0,943	0,947	0,950	0,953	0,957	0,960	0,963
29	0,967	0,970	0,973	0,977	0,980	0,983	0,987	0,990	0,993	0,997
30	1,000	1,003	1,007	1,010	1,013	1,017	1,020	1,023	1,027	1,030
31	1,033	1,037	1,040	1,043	1,047	1,050	1,053	1,057	1,060	1,063
32	1,067	1,070	1,073	1,076	1,080	1,083	1,086	1,090	1,093	1,096
33	1,100	1,103	1,106	1,110	1,113	1,116	1,120	1,123	1,126	1,130
34	1,133	1,136	1,140	1,143	1,146	1,150	1,153	1,156	1,160	1,163
35	1,166	1,170	1,173	1,176	1,180	1,183	1,186	1,190	1,193	1,196
36	1,200	1,203	1,206	1,210	1,213	1,216	1,220	1,223	1,226	1,230
37	1,233	1,236	1,240	1,243	1,246	1,250	1,253	1,256	1,260	1,263
38	1,266	1,270	1,273	1,276	1,280	1,283	1,286	1,290	1,293	1,296
39	1,300	1,303	1,306	1,310	1,313	1,316	1,320	1,323	1,326	1,330
40	1,333	1,336	1,340	1,343	1,346	1,350	1,353	1,356	1,360	1,363
41	1,366	1,370	1,373	1,376	1,380	1,383	1,386	1,390	1,393	1,396
42	1,400	1,403	1,406	1,410	1,413	1,416	1,420	1,423	1,426	1,430
43	1,433	1,436	1,440	1,443	1,446	1,450	1,453	1,456	1,460	1,463
44	1,466	1,470	1,473	1,476	1,480	1,483	1,486	1,490	1,493	1,496
45	1,500	1,503	1,506	1,510	1,513	1,516	1,520	1,523	1,526	1,530
46	1,533	1,536	1,540	1,543	1,546	1,550	1,553	1,556	1,560	1,563
47	1,566	1,570	1,573	1,576	1,580	1,583	1,586	1,590	1,593	1,596
48	1,600	1,603	1,606	1,610	1,613	1,616	1,620	1,623	1,626	1,630
49	1,633	1,636	1,640	1,643	1,646	1,650	1,653	1,656	1,660	1,663

Продолжение прилож. 5

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	1,666	1,670	1,673	1,676	1,680	1,683	1,686	1,690	1,693	1,696
51	1,700	1,703	1,706	1,710	1,713	1,716	1,720	1,723	1,726	1,730
52	1,733	1,736	1,740	1,743	1,746	1,750	1,753	1,756	1,760	1,763
53	1,766	1,770	1,773	1,776	1,780	1,783	1,786	1,790	1,793	1,796
54	1,800	1,803	1,806	1,810	1,813	1,816	1,820	1,823	1,826	1,830
55	1,833	1,836	1,840	1,843	1,846	1,850	1,853	1,856	1,860	1,863
56	1,866	1,870	1,873	1,876	1,880	1,883	1,886	1,890	1,893	1,896
57	1,900	1,903	1,906	1,910	1,913	1,916	1,920	1,923	1,926	1,930
58	1,933	1,936	1,940	1,943	1,946	1,950	1,953	1,956	1,960	1,963
59	1,966	1,970	1,973	1,976	1,980	1,983	1,986	1,990	1,993	1,996
60	2,000	2,003	2,006	2,010	2,013	2,016	2,020	2,023	2,026	2,030
61	2,033	2,036	2,040	2,043	2,046	2,050	2,053	2,056	2,060	2,063
62	2,066	2,070	2,073	2,076	2,080	2,083	2,086	2,090	2,093	2,096
63	2,100	2,103	2,106	2,110	2,113	2,116	2,120	2,123	2,126	2,130
64	2,133	2,136	2,140	2,143	2,146	2,150	2,153	2,156	2,160	2,163
65	2,166	2,170	2,173	2,176	2,180	2,183	2,186	2,190	2,193	2,196
66	2,200	2,203	2,206	2,210	2,213	2,216	2,220	2,223	2,226	2,230
67	2,233	2,236	2,240	2,243	2,246	2,250	2,253	2,256	2,260	2,263
68	2,266	2,270	2,273	2,276	2,280	2,283	2,286	2,290	2,293	2,296
69	2,300	2,303	2,306	2,310	2,313	2,316	2,320	2,323	2,326	2,330
70	2,333	2,336	2,340	2,343	2,346	2,350	2,353	2,356	2,360	2,363
71	2,366	2,370	2,373	2,376	2,380	2,383	2,386	2,390	2,393	2,396
72	2,400	2,403	2,406	2,410	2,413	2,416	2,420	2,423	2,426	2,430
73	2,433	2,436	2,440	2,443	2,446	2,450	2,453	2,456	2,460	2,463
74	2,466	2,470	2,473	2,476	2,480	2,483	2,486	2,490	2,493	2,496
75	2,500	2,503	2,506	2,510	2,513	2,516	2,520	2,523	2,526	2,530
76	2,533	2,536	2,540	2,543	2,546	2,550	2,553	2,556	2,560	2,563
77	2,566	2,570	2,573	2,576	2,580	2,583	2,586	2,590	2,593	2,596
78	2,600	2,603	2,606	2,610	2,613	2,616	2,620	2,623	2,626	2,630
79	2,633	2,636	2,640	2,643	2,646	2,650	2,653	2,656	2,660	2,663
80	2,666	2,670	2,673	2,676	2,680	2,683	2,686	2,690	2,693	2,696
81	2,700	2,703	2,706	2,710	2,713	2,716	2,720	2,723	2,726	2,730
82	2,733	2,736	2,740	2,743	2,746	2,750	2,753	2,756	2,760	2,763
83	2,766	2,770	2,773	2,776	2,780	2,783	2,786	2,790	2,793	2,796
84	2,800	2,803	2,806	2,810	2,813	2,816	2,820	2,823	2,826	2,830
85	2,833	2,836	2,840	2,843	2,846	2,850	2,853	2,856	2,860	2,863
86	2,866	2,870	2,873	2,876	2,880	2,883	2,886	2,890	2,893	2,896
87	2,900	2,903	2,906	2,910	2,913	2,916	2,920	2,923	2,926	2,930
88	2,933	2,936	2,940	2,943	2,946	2,950	2,953	2,956	2,960	2,963
89	2,966	2,970	2,973	2,976	2,980	2,983	2,986	2,990	2,993	2,996
90	3,000	3,003	3,006	3,010	3,013	3,016	3,020	3,023	3,026	3,029
91	3,033	3,036	3,040	3,043	3,046	3,050	3,053	3,056	3,060	3,063
92	3,066	3,070	3,073	3,076	3,080	3,083	3,086	3,090	3,093	3,096
93	3,100	3,103	3,106	3,110	3,113	3,116	3,120	3,123	3,126	3,130
94	3,133	3,136	3,140	3,143	3,146	3,150	3,153	3,156	3,160	3,163
95	3,166	3,170	3,173	3,176	3,180	3,183	3,186	3,190	3,193	3,196
96	3,200	3,203	3,206	3,209	3,213	3,216	3,219	3,223	3,226	3,229
97	3,233	3,236	3,239	3,243	3,246	3,249	3,253	3,256	3,259	3,263
98	3,266	3,269	3,273	3,276	3,279	3,283	3,286	3,289	3,293	3,296
99	3,299	3,303	3,306	3,309	3,313	3,316	3,319	3,323	3,326	3,329
100	3,333	3,336	3,339	3,343	3,346	3,349	3,353	3,356	3,359	3,363

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-ЭКВ	33,33	66,66	99,98	133,31	166,64	199,97	233,30	266,63	299,95	333,28

NO<sub>3</sub><sup>-</sup> (эквивалентная масса 62,0049), мг - мг-экв

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,002	0,003	0,004	0,006	0,008	0,010	0,011	0,013	0,015
1	0,016	0,018	0,019	0,021	0,023	0,024	0,026	0,027	0,029	0,031
2	0,032	0,034	0,035	0,037	0,039	0,040	0,042	0,041	0,045	0,047
3	0,048	0,050	0,052	0,053	0,055	0,056	0,058	0,060	0,061	0,063
4	0,065	0,066	0,068	0,069	0,071	0,073	0,074	0,076	0,077	0,079
5	0,081	0,082	0,084	0,085	0,087	0,089	0,090	0,092	0,094	0,095
6	0,097	0,098	0,100	0,102	0,103	0,105	0,106	0,108	0,110	0,111
7	0,113	0,115	0,116	0,118	0,119	0,121	0,123	0,124	0,126	0,127
8	0,129	0,131	0,132	0,134	0,135	0,137	0,139	0,140	0,142	0,144
9	0,145	0,147	0,148	0,150	0,152	0,153	0,155	0,156	0,158	0,160
10	0,161	0,163	0,165	0,166	0,168	0,169	0,171	0,173	0,174	0,176
11	0,177	0,179	0,181	0,182	0,184	0,185	0,187	0,189	0,190	0,192
12	0,194	0,195	0,197	0,198	0,200	0,202	0,203	0,205	0,206	0,208
13	0,210	0,211	0,213	0,214	0,216	0,218	0,219	0,221	0,223	0,224
14	0,226	0,227	0,229	0,231	0,232	0,234	0,235	0,237	0,239	0,240
15	0,242	0,244	0,245	0,247	0,248	0,250	0,252	0,253	0,255	0,256
16	0,258	0,260	0,261	0,263	0,264	0,266	0,268	0,269	0,271	0,273
17	0,274	0,276	0,277	0,279	0,281	0,282	0,284	0,285	0,287	0,289
18	0,290	0,292	0,294	0,295	0,297	0,298	0,300	0,302	0,303	0,305
19	0,306	0,308	0,310	0,311	0,313	0,314	0,316	0,318	0,319	0,321
20	0,323	0,324	0,326	0,327	0,329	0,331	0,332	0,334	0,335	0,337
21	0,339	0,340	0,342	0,344	0,345	0,347	0,348	0,350	0,352	0,353
22	0,355	0,356	0,358	0,360	0,361	0,363	0,364	0,366	0,368	0,369
23	0,371	0,373	0,374	0,376	0,377	0,379	0,381	0,382	0,384	0,385
24	0,387	0,389	0,390	0,392	0,394	0,395	0,397	0,398	0,400	0,402
25	0,403	0,405	0,406	0,408	0,410	0,411	0,413	0,414	0,416	0,418
26	0,419	0,421	0,423	0,424	0,426	0,427	0,429	0,431	0,432	0,434
27	0,435	0,437	0,439	0,440	0,442	0,444	0,445	0,447	0,448	0,450
28	0,452	0,453	0,455	0,456	0,458	0,460	0,461	0,463	0,464	0,466
29	0,468	0,469	0,471	0,473	0,474	0,476	0,477	0,479	0,481	0,482
30	0,484	0,485	0,487	0,489	0,490	0,492	0,494	0,495	0,497	0,498
31	0,500	0,502	0,503	0,505	0,506	0,508	0,510	0,511	0,513	0,514
32	0,516	0,518	0,519	0,521	0,523	0,524	0,526	0,527	0,529	0,531
33	0,532	0,534	0,535	0,537	0,539	0,540	0,542	0,544	0,545	0,547
34	0,548	0,550	0,552	0,553	0,555	0,556	0,558	0,560	0,561	0,563
35	0,564	0,566	0,568	0,569	0,571	0,573	0,574	0,576	0,577	0,579
36	0,581	0,582	0,584	0,585	0,587	0,589	0,590	0,592	0,594	0,595
37	0,597	0,598	0,600	0,602	0,603	0,605	0,606	0,608	0,610	0,611
38	0,613	0,614	0,616	0,618	0,619	0,621	0,623	0,624	0,626	0,627
39	0,629	0,631	0,632	0,634	0,635	0,637	0,639	0,640	0,642	0,643
40	0,645	0,647	0,648	0,650	0,652	0,653	0,655	0,656	0,658	0,660
41	0,661	0,663	0,664	0,666	0,668	0,669	0,671	0,673	0,674	0,676
42	0,677	0,679	0,681	0,682	0,684	0,685	0,687	0,689	0,690	0,692
43	0,693	0,695	0,697	0,698	0,700	0,702	0,703	0,705	0,706	0,708
44	0,710	0,711	0,713	0,714	0,716	0,718	0,719	0,721	0,723	0,724
45	0,726	0,727	0,729	0,731	0,732	0,734	0,735	0,737	0,739	0,740
46	0,742	0,743	0,745	0,747	0,748	0,750	0,752	0,753	0,755	0,756
47	0,758	0,760	0,761	0,763	0,764	0,766	0,768	0,769	0,771	0,773
48	0,774	0,776	0,777	0,779	0,781	0,782	0,784	0,785	0,787	0,789
49	0,790	0,792	0,793	0,795	0,797	0,798	0,800	0,802	0,803	0,805

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
50	0,206	0,808	0,810	0,811	0,813	0,814	0,816	0,818	0,819	0,821
51	0,823	0,824	0,826	0,827	0,829	0,831	0,832	0,834	0,835	0,837
52	0,839	0,840	0,842	0,843	0,845	0,847	0,848	0,850	0,852	0,853
53	0,855	0,856	0,858	0,860	0,861	0,863	0,864	0,866	0,868	0,869
54	0,871	0,873	0,874	0,876	0,877	0,879	0,881	0,882	0,884	0,885
55	0,887	0,889	0,890	0,892	0,893	0,895	0,897	0,898	0,900	0,902
56	0,903	0,905	0,906	0,908	0,910	0,911	0,913	0,914	0,916	0,918
57	0,919	0,921	0,923	0,924	0,926	0,927	0,929	0,931	0,932	0,934
58	0,935	0,937	0,939	0,940	0,942	0,943	0,945	0,947	0,948	0,950
59	0,952	0,953	0,955	0,956	0,958	0,960	0,961	0,963	0,964	0,966
60	0,968	0,969	0,971	0,973	0,974	0,976	0,977	0,979	0,981	0,982
61	0,984	0,985	0,987	0,989	0,990	0,992	0,993	0,995	0,997	0,998
62	1,000	1,002	1,003	1,005	1,006	1,008	1,010	1,011	1,013	1,014
63	1,016	1,018	1,019	1,021	1,022	1,024	1,026	1,027	1,029	1,031
64	1,032	1,034	1,035	1,037	1,039	1,040	1,042	1,043	1,045	1,047
65	1,048	1,050	1,052	1,053	1,055	1,056	1,058	1,060	1,061	1,063
66	1,064	1,066	1,068	1,069	1,071	1,072	1,074	1,076	1,077	1,079
67	1,081	1,082	1,084	1,085	1,087	1,089	1,090	1,092	1,093	1,095
68	1,097	1,098	1,100	1,102	1,103	1,105	1,106	1,108	1,110	1,111
69	1,113	1,114	1,116	1,118	1,119	1,121	1,122	1,124	1,126	1,127
70	1,129	1,131	1,132	1,134	1,135	1,137	1,139	1,140	1,142	1,143
71	1,145	1,147	1,148	1,150	1,152	1,153	1,155	1,156	1,158	1,160
72	1,161	1,163	1,164	1,166	1,168	1,169	1,171	1,172	1,174	1,176
73	1,177	1,179	1,181	1,182	1,184	1,185	1,187	1,189	1,190	1,192
74	1,193	1,195	1,197	1,198	1,200	1,202	1,203	1,205	1,206	1,208
75	1,210	1,211	1,213	1,214	1,216	1,218	1,219	1,221	1,222	1,224
76	1,226	1,227	1,229	1,231	1,232	1,234	1,235	1,237	1,239	1,240
77	1,242	1,243	1,245	1,247	1,248	1,250	1,252	1,253	1,255	1,256
78	1,258	1,260	1,261	1,263	1,264	1,266	1,268	1,269	1,271	1,272
79	1,274	1,276	1,277	1,279	1,281	1,282	1,284	1,285	1,287	1,289
80	1,290	1,292	1,293	1,295	1,297	1,298	1,300	1,301	1,303	1,305
81	1,306	1,308	1,310	1,311	1,313	1,314	1,316	1,318	1,319	1,321
82	1,322	1,324	1,326	1,327	1,329	1,331	1,332	1,334	1,335	1,337
83	1,339	1,340	1,342	1,343	1,345	1,347	1,348	1,350	1,352	1,353
84	1,355	1,356	1,358	1,360	1,361	1,363	1,364	1,366	1,368	1,369
85	1,371	1,372	1,374	1,376	1,377	1,379	1,381	1,382	1,384	1,385
86	1,387	1,389	1,390	1,392	1,393	1,395	1,397	1,398	1,400	1,402
87	1,403	1,405	1,406	1,408	1,410	1,411	1,413	1,414	1,416	1,418
88	1,419	1,421	1,422	1,424	1,426	1,427	1,429	1,431	1,432	1,434
89	1,435	1,437	1,439	1,440	1,442	1,443	1,445	1,447	1,448	1,450
90	1,451	1,453	1,455	1,456	1,458	1,460	1,461	1,463	1,464	1,466
91	1,468	1,469	1,471	1,472	1,474	1,476	1,477	1,479	1,481	1,482
92	1,484	1,485	1,487	1,489	1,490	1,492	1,493	1,495	1,497	1,498
93	1,500	1,501	1,503	1,505	1,506	1,508	1,510	1,511	1,513	1,514
94	1,516	1,518	1,519	1,521	1,522	1,524	1,526	1,527	1,529	1,531
95	1,532	1,534	1,535	1,537	1,539	1,540	1,542	1,543	1,545	1,547
96	1,548	1,550	1,551	1,553	1,555	1,556	1,558	1,560	1,561	1,563
97	1,564	1,566	1,568	1,569	1,571	1,572	1,574	1,576	1,577	1,579
98	1,581	1,582	1,584	1,585	1,587	1,589	1,590	1,592	1,593	1,595
99	1,597	1,598	1,600	1,601	1,603	1,605	1,606	1,608	1,610	1,611
100	1,613	1,614	1,616	1,618	1,619	1,621	1,622	1,624	1,626	1,627

мг	1000	2000	3000	4000	5000	6000	7000	8000	9000	10 000
мг-ЭКВ	16,13	32,26	38,38	64,51	80,64	96,77	112,89	129,02	145,15	161,28



$\text{NO}_2^-$  (эквивалентная масса 46,0055), мг - мг-эquiv

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,002	0,004	0,006	0,009	0,011	0,013	0,015	0,017	0,020
1	0,022	0,024	0,026	0,028	0,030	0,033	0,035	0,037	0,039	0,041
2	0,043	0,046	0,048	0,050	0,052	0,054	0,057	0,059	0,061	0,063
3	0,065	0,067	0,070	0,072	0,074	0,076	0,078	0,080	0,083	0,085
4	0,087	0,089	0,091	0,093	0,096	0,098	0,100	0,102	0,104	0,107
5	0,109	0,111	0,113	0,115	0,117	0,120	0,122	0,124	0,126	0,128
6	0,130	0,133	0,135	0,137	0,139	0,141	0,143	0,146	0,148	0,150
7	0,152	0,154	0,157	0,159	0,161	0,163	0,165	0,167	0,170	0,172
8	0,174	0,176	0,178	0,180	0,183	0,185	0,187	0,189	0,191	0,193
9	0,196	0,198	0,200	0,202	0,204	0,206	0,209	0,211	0,213	0,215
10	0,217	0,220	0,222	0,224	0,226	0,228	0,230	0,233	0,235	0,237

мг	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
мг-эquiv	2,17	4,35	6,52	8,69	10,87	13,04	15,22	17,39	19,56	21,74

$\text{OH}^-$  (эквивалентная масса 17,00737), мг → мг-эquiv

	0	1	2	3	4	5	6	7	8	9
0	—	0,006	0,012	0,018	0,024	0,029	0,035	0,041	0,047	0,053
1	0,059	0,065	0,071	0,076	0,082	0,088	0,094	0,100	0,106	0,112
2	0,118	0,123	0,129	0,135	0,141	0,147	0,153	0,159	0,165	0,171
3	0,176	0,182	0,188	0,194	0,200	0,206	0,212	0,218	0,223	0,229
4	0,235	0,241	0,247	0,253	0,259	0,265	0,270	0,276	0,282	0,288
5	0,294	0,300	0,306	0,312	0,318	0,323	0,329	0,335	0,341	0,347
6	0,353	0,359	0,365	0,370	0,376	0,382	0,388	0,394	0,400	0,406
7	0,412	0,417	0,423	0,429	0,435	0,441	0,447	0,453	0,459	0,465
8	0,470	0,476	0,482	0,488	0,494	0,500	0,506	0,512	0,517	0,523
9	0,529	0,535	0,541	0,547	0,553	0,559	0,564	0,570	0,576	0,582
10	0,588	0,594	0,600	0,606	0,611	0,617	0,623	0,629	0,635	0,641

мг	100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
мг-эquiv	5,88	11,76	17,64	23,52	29,40	35,28	41,16	47,04	52,92	58,80

**Шрифт Снеллена  
для определения прозрачности воды**

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

**Шрифт Снеллена**  
**для определения прозрачности воды**

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

**Шрифт Снеллена**  
для определения прозрачности воды

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»

«Настоящий стандарт устанавливает методы определения общих физических свойств хозяйственно-питьевой воды: запаха, вкуса и привкуса, температуры, прозрачности, мутности, взвешенных веществ и цветности.

5 4 1 7 8 3 0 9»



МИНИСТЕРСТВО  
ЗДРАВООХРАНЕНИЯ СССР  
(МИНЗДРАВ СССР)

101431 ГСП-4, Москва К 51, Рахмановский пер. 3  
Телеграфный адрес: Москва К 9, Союзминздрав  
23.10.1978г. № 122-14/3737-1

на № \_\_\_\_\_

О порядке рассмотрения и согласования проектов нормативно-технической документации организации и учреждений санитарно-эпидемиологической службы

Министерствам, Государственным комитетам СССР и союзных республик, ведомствам, проектным организациям, Главным государственными санитарными врачами союзных, автономных республик, Главному санитарному врачу железнодорожного транспорта, Главному санитарному врачу гражданской авиации, Главным государственными санитарными врачами краев, областей, округов, городов, районов, бассейнов, портов и линейных участков из водного транспорта, Главным санитарными врачами железных дорог и управлений гражданской авиации

В целях ускорения рассмотрения проектов нормативно-технической документации органами государственного санитарного надзора, на основании пункта 7"д" "Положения о государственном санитарном надзоре в СССР", утвержденном Постановлением Совета Министров СССР от 31 мая 1973 г. № 361, и Приказа Министра здравоохранения СССР от 19 октября 1978г. № 990 устанавливается следующий порядок их представления и согласования:

- проекты ГОСТов и изменения к ним, СНиПов, Норм технологического проектирования (окончательная редакция) рассматриваются Минздравом СССР по представлении их министерствами (ведомствами) - разработчиками с сопроводительным письмом. Изменения должны представляться с экземпляром ГОСТа;
- проекты ССТов, ТУ, технических требований, рецептур на новые виды сырья, продуктов питания, промышленных изделий, строительных материалов, тары и упаковочных материалов, полимерных и синтетических материалов и изделий из них, новых технологических процессов, видов оборудования, приборов и рабочего инструментария за исключением проектов нормативно-технической документации на вино-водочные изделия, на новые виды пищевого сырья, пищевых добавок, игрушек, материалов, тканей, изделий и других предметов детского обихода, а также в области радиационной безопасности и всех видов изделий медицинского назначения (лекарства, лекарственное растительное сырье, медицинская техника, упаковки для лекарственных средств, предметы санитарии и др.), рассматриваются Министерством здравоохранения той союзной республики, на территории которой расположена

организация-разработчик нормативно-технической документации.

Проекты нормативно-технической документации должны представляться в I экз. и возврату не подлежат.

Заключение Минздрава союзной республики о согласовании (или о несогласовании) нормативно-технической документации имеет обязательную силу на всей территории СССР.

Нормативно-техническая документация, проходящая переутверждение в связи с истечением срока действия или по другим причинам, согласованию с органами госсаннадзора не подлежит, если это не влечет за собой изменения гигиенического характера.

Нормативно-техническая документация считается согласованной с Министерством здравоохранения СССР или министерствами здравоохранения союзных республик только при наличии соответствующего заключения.


Если по каким-либо причинам не все замечания, указанные в заключении, могут быть приняты, проект технической документации представляется повторно на согласование с подробным обоснованием невозможности принять то или иное требование заключения.

Минздрав СССР и Министерства здравоохранения союзных республик могут затребовать экземпляр прошедшей согласование технической документации с целью контроля полноты отражения в нем требований заключения.

настоящим письмом отменяется письмо Главного государственного санитарного врача СССР от 6 марта 1974г. № 122-9-324-1.

Главный государственный  
санитарный врач Союза  
ССР

Заместитель министра  
здравоохранения СССР

  
П. Н. Бургасов

Зак. 640 Подписано в печать 23/Х-78г. Тираж 5000

<sup>1</sup> типография Министерства Здравоохранения СССР.



Приложение 8

**МИНИСТЕРСТВО  
МЕЛНИРАЦИИ И ВОДНОГО ХОЗЯЙСТВА  
СССР**

Министерство угольной про-  
мышленности СССР

Заместителю начальника  
Управления охраны природы

197139, Москва, Оряшков пер., 1/11

13.11.79 № 13-3-05/955  
на № 12/1928 от 24.10.79г

т.Малышенко В.С.

121910, Москва, пр.Кали-  
нина, 23

Главводоохрана рассмотрела подготовленный НИИОС уголь ответ на заключение о возможности согласования проекта второго дополненного издания "Руководства по анализу шахтных вод" (№ 12/1928 от 24.10.79г.) и считает возможным согласовать "Руководство..." с учетом внесения в него следующих дополнений и изменений:

- в конце "Введения" необходимо сделать следующую запись: "Вопросы периодичности отбора проб шахтных вод для анализа, выбора точек отбора, согласования методик анализа с местными органами по регулированию использования и охраны вод и другие вопросы изложены в действующих отраслевых нормативных документах - руководстве по эксплуатации сооружений для очистки шахтных вод", 1977 г. и "Методических указаниях по организации ведомственного контроля за сбросом сточных вод 1979 г.";

- на стр.62 и 189втекст "Руководства" необходимо внести изменения в соответствии с редакцией, приведенной в письме НИИОС уголь № 12/1928 от 24.10.79г. (стр.19).

Заместитель начальника Главного  
управления по охране вод

  
В.Ф.Костин

# СО Д Е Р Ж А Н И Е

	Стр.
Введение.....	3
Общие сведения.....	
Отбор проб воды для анализа.....	6
Отбор проб сточных вод и воды водоемов для обще- го лабораторного контроля.....	6
Отбор проб сточных вод для лабораторного контро- ля в процессе их очистки.....	8
Отбор проб воды на нефтепродукты.....	9
Подготовка посуды для отбора проб.....	11
Консервирование проб воды.....	12
Контроль и статистическая обработка результатов хи- мического анализа воды.....	16
Оценка качества анализа по относительному стан- дартному отклонению.....	16
Контроль качества анализа по эквивалентному со- держанию ионов.....	19
Порядок выполнения анализа.....	20
<b>МЕТОДЫ АНАЛИЗА ШАХТНЫХ ВОД</b>	
Температура.....	21
Цвет.. ..	22
Прозрачность.....	23
Запах.....	24
Взвешенные вещества.....	25
Определение фильтрованием через мембранный фильтр.....	25
Определение фильтрованием через беззольный бумажный фильтр.....	28
Остаток после прокаливания.....	29
Сухой остаток.....	30
Водородный показатель (рН).....	31
Электрометрическое определение рН.....	32
Щелочность, гидрокарбонаты, карбонаты.....	33
Определение общей щелочности.....	33
Определение гидрокарбонатов при отсутствии карбонатов.....	35
Определение карбонатов и гидрокарбонатов при их совместном присутствии.....	36
Кислотность.....	37
Электрометрическое определение общей кислотности	37



	стр.
Электрометрическое определение свободной кислоты в токе азота.....	39
Окисляемость.....	43
Определение перманганатной окисляемости в кислой среде.....	44
Ускоренное определение бихроматной окисляемости...	47
Двухчасовой метод определения бихроматной окисляемости.....	50
Растворенный кислород.....	51
Иодометрическое определение растворенного кисло- рода.....	52
Хлор.....	59
Иодометрическое определение остаточного "актив- ного хлора".....	59
Хлоропоглощаемость.....	61
Биохимическое потребление растворенного кислорода....	62
Определение БПК полного с разбавлением.....	63
Азот аммонийный.....	67
Фотометрическое определение азота аммонийного с реактивом Несслера.....	67
Нитриты.....	70
Фотометрическое определение нитритов с реактивом Грисса.....	71
Нитраты.....	73
Фотометрическое определение нитратов с салицило- вой кислотой.....	74
Фосфаты.....	76
Фотометрическое определение фосфатов с молибдатом аммония.....	77
Силикаты.....	79
Фотометрическое определение кремнекислоты в виде синего восстановленного кремнемолибденового комплекса.....	80
Бораты.....	83
Фотометрическое определение боратов с кармином....	84
Иодиды.....	87
Иодометрическое определение иодидов с бромной водой.....	87
Бромиды.....	91
Иодометрическое определение бромидов с гипо- хлоритом калия.....	91

	стр.
Фториды.....	97
Фотометрическое определение фторидов с цирконий-эриохромцианином R .....	97
Сульфаты.....	100
Весовое определение сульфатов.....	101
Титриметрическое определение сульфатов солью бария в присутствии нитрохромазо.....	103
Титриметрическое определение сульфатов солью свинца в присутствии дитизона.....	107
Хлориды.....	109
Аргентометрическое определение хлоридов.....	109
Меркуриметрическое определение хлоридов.....	111
Потенциометрическое титрование хлоридов по методу осаждения.....	115
Мышьяк.....	118
Фотометрическое определение мышьяка с диэтилдитиокарбаматом серебра.....	118
Жесткость.....	122
Комплексонометрическое определение общей жесткости.....	123
Кальций.....	127
Комплексонометрическое определение кальция.....	128
Магний.....	131
Железо.....	131
Фотометрическое определение железа с орто-фенантролином .....	139
Алюминий.....	136
Фотометрическое определение алюминия с эриохромцианином R .....	136
Железо и алюминий в кислых шахтных водах.....	139
Комплексонометрическое определение железа (Ш), (II) и алюминия в кислых шахтных водах.....	140
Цинк.....	145
Фотометрическое определение цинка с дитизоном....	145
Медь.....	151
Фотометрическое определение меди с диэтилдитиокарбаматом свинца.....	151
Марганец.....	155
Фотометрическое определение марганца после окисления персульфатом.....	155

	стр.
Хром.....	158
Фотометрическое определение хрома с дифенил-карбазидом.....	159
Химико-спектральное определение группы тяжелых металлов в шахтных водах.....	162
Минерализация (солеосодержание).....	178
Нефтепродукты.....	178
Определение нефтепродуктов методом колоночной хроматографии с весовым окончанием.....	179
Определение нефтепродуктов прямой экстракцией гексаном.....	182
Определение нефтепродуктов методом колоночной хроматографии с фотометрическим окончанием.....	183
Синтетические поверхностно-активные вещества (СПАВ).....	186
Фотометрическое определение анионоактивных СПАВ с метиленовой синей.....	187
Фенолы.....	190
Фотометрическое определение летучих с водяным паром фенолов с применением 4-аминоантипирина....	190
РЕАГЕНТЫ, ПРИМЕНЯЕМЫЕ ДЛЯ ОБРАБОТКИ ВОДЫ.....	194
Известь строительная (ГОСТ 22688-77).....	194
Известь хлорная (ГОСТ 1692-58).....	194
Полиакриламид (ТУ на применение ПАА для очистки питьевых вод на городских водопроводах).....	194
ЛИТЕРАТУРА.....	195
ПРИЛОЖЕНИЯ.....	206
Приложение 1. Общие требования к составу и свойствам воды водных объектов у пунктов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования ("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами". Утв. Мин-вом мелиорации и водного хозяйства СССР, Мин-вом здравоохранения СССР, Мин-вом рыбного хозяйства СССР 16.05.74, № 1166	201
Приложение 2. Предельно допустимые концентрации вредных веществ в воде водных объектов хозяйственно-питьевого и культурно-бытового водопользования. ("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами").....	210

	Дополнительный перечень предельно-допустимых концентраций вредных веществ в воде водоемов санитарно-бытового водопользования.....	226
Приложение 3.	Общие требования к составу и свойствам воды водных объектов, используемых для рыбохозяйственных целей ("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами").....	230
	Перечень предельно-допустимых концентраций вредных веществ в воде водных объектов, используемых для рыбохозяйственных целей ("Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами").....	232
	Дополнительный перечень предельно-допустимых концентраций вредных веществ для воды рыбохозяйственных водоемов к приложению № 3 "Правила охраны поверхностных вод от загрязнения сточными водами".....	235
Приложение 4.	Перечень приборов, оборудования и лабораторной посуды для анализа сточных вод и воды водоемов	237
Приложение 5.	Таблицы пересчета миллиграммов на миллиграмм-эквиваленты.....	245
Приложение 6.	Шрифт для определения прозрачности воды.....	273
Приложение 7.	Письмо Министерства здравоохранения СССР № 122-14/3737-1 от 23.10.78 "О порядке рассмотрения и согласования проектов нормативно-технической документации органами и учреждениями санитарно-эпидемиологической службы".	276
Приложение 8.	Письмо Министерства меллиорации и водного хозяйства СССР № 13-3-05/955 от 13.11.79 о согласовании "Руководства по анализу шахтных вод".....	278

РУКОВОДСТВО ПО АНАЛИЗУ ШАХТНЫХ ВОД

Издание второе, дополненное

Ответственный за выпуск С.И.Вековщина

Технический редактор Л.Б.Старцева

---

В печать 19.12.80 г. Формат бум. 60x84 1/16 Объем 17,75 п.л.  
ЛБ71985 Тираж 1500 экз. Цена 1 р. 22 коп. Зак. 236

---

Типография ПБВКУ

Замеченные опечатки и авторские исправления

Страница	Строка	Напечатано	Следует читать
8	2 снизу	контроля	контроле
19	4 сверху	$\approx 2,43\%$	$\sim 2,43\%$
21	10 сверху	указаны длины волн светофильтров	указаны светофильтры
29	13 сверху	умажный	бумажный
41	1 сверху	пирогаллала	пирогаллола
44	9 сверху	$2Mn$	$2Mn^{2+}$
49	13 сверху	$FeO_4 \cdot 2H_2O$	$FeSO_4 \cdot 2H_2O$
53	2 сверху	$2S_2O_3$	$2S_2O_3^{2-}$
54	4 сверху	равны	равна
64	8 сверху	$NaHPO_4 \cdot 2H_2O$	$Na_2HPO_4 \cdot 2H_2O$
86	6 сверху	...8; 16; ...	...8; 10; 16;
103	9 сверху	декантаций	декантацией
125	13 сверху	синеревый	сиреневый
163	13 снизу	с использованием хелатов в качестве ...	с использованием хелатообразующих экстракционных реагентов
167	19 сверху	сульфата	сульфита
181	8 сверху	экстракт	экстракт
185	17 сверху	1,5; 3,0 мг	1,5; 3,0 мг нефтепродуктов
185	21 сверху	50 мл	50 мм
187	2 сверху	или полиэтиленовую	не читать
192	7 сверху	доводят объем раствора бидистиллятом до метки и ...	не читать
193	19 сверху	После слов "недопустимо". Конец трубки холодильника должен быть погружен в раствор	
202	7 сверху	$Al$	$Al^{3+}$
205	8 сверху	4-аминоантипирином	4-аминоантипирина