

ЗАО «Крисмас+»

# РУКОВОДСТВО

К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ  
ДЛЯ ЛАБОРАТОРИИ  
«ЭКОЛОГИЯ И ОХРАНА  
ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ»

*Учебное пособие-практикум*

Санкт-Петербург  
2019



Научно-производственное объединение  
ЗАО «Крисмас+»

**РУКОВОДСТВО**  
**К ПРАКТИЧЕСКИМ ЗАНЯТИЯМ**  
**ДЛЯ ЛАБОРАТОРИИ**  
**«ЭКОЛОГИЯ И ОХРАНА**  
**ОКРУЖАЮЩЕЙ СРЕДЫ»**

*Учебное пособие-практикум*

Санкт-Петербург  
2019

УДК 372.854+372.1+377.5+377.6

ББК 74.5

**Руководство к практическим занятиям для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды»:** Учебное пособие-практикум / Под ред. А.Г. Муравьёва. — Изд. 4-е, исправл. — СПб.: «Крисмас+», 2019. — 120 с.

Настоящее пособие-практикум содержит иллюстрированные описания основных лабораторных установок и соответствующих практических работ, реализуемых в лаборатории «Экология и охрана окружающей среды», и представляет собой руководство по проведению лабораторных работ.

Подробно изложены методики проведения работ, а также приведены вводная информация, описания средств материального оснащения, вопросы для самоконтроля и т.п.

Пособие также применимо при выполнении аналогичных работ в сходных лабораториях на сложившейся материально-технической базе, в условиях создания новых и дооборудовании существующих лабораторных установок, при изучении методов и оборудования инженерной защиты окружающей среды и т.п. по широкому кругу специальностей профессиональной подготовки студентов.

Пособие адресовано преподавателям, подготавливающим и проводящим лабораторные работы в учреждениях профессионального образования.

Составители:

Александр Григорьевич Муравьёв, к.х.н.,

Валентина Васильевна Данилова,

Нина Алексеевна Осадчая,

Раиса Фёдоровна Витковская, к.т.н.,

Анатолий Алексеевич Мельник, к.п.н.

Общая редакция: А.Г. Муравьёв.

Техническая группа: А.К. Корнеев, Ю.Н. Дрюков

ISBN 978-5-89495-258-1



9 785894 952581

© Коллектив составителей, 2019

© ЗАО «Крисмас+», 2019

# СОДЕРЖАНИЕ

Введение.....	6
1. Общая информация к лабораторным работам.....	10
1.1. Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды» .....	10
1.1.1. Назначение и область применения.....	10
1.1.2. Технические характеристики .....	10
1.1.3. Состав и характеристики модулей ТКО ЭОС .....	11
1.2. Общие правила работы в лаборатории .....	15
1.3. Факторы опасности и меры безопасности при работах .....	16
1.4. Методы и средства контроля оцениваемых параметров .....	20
1.4.1. Особенности методов и средств контроля оцениваемых параметров.....	20
1.4.2. Методика применения тест-комплектов.....	31
1.4.2.1. Тест-комплект «Активный хлор» .....	31
1.4.2.2. Тест-комплект «Железо общее» .....	36
1.4.2.3. Тест-комплект «Нитраты» .....	41
1.4.2.4. Тест-комплект «Нитриты» .....	44
1.4.2.5. Тест-комплект «Окисляемость перманганатная» .....	48
1.4.3. Методика применения тест-систем .....	57
1.4.3.1. Тест-система «Активный хлор» .....	57
1.4.3.2. Тест-система «Железо общее» .....	58
1.4.3.3. Тест-система «Никель-тест» .....	59
1.4.3.4. Тест-система «Нитрат-тест» .....	60
1.4.3.5. Тест-система «Нитрит-тест» .....	61
1.4.4. Методика определения концентраций диоксида углерода с применением индикаторных трубок совместно с аспиратором .....	62
2. Лабораторная работа «Оценка усвоения тяжёлых металлов из почвы овощными культурами» .....	65
2.1. Вводная информация.....	65
2.2. Описание работы и перечень оборудования .....	67
2.3. Методика проведения работы.....	69
2.3.1. Общий порядок проведения работы .....	69
2.3.2. Выполняемые операции .....	71
2.3.2.1. Отбор и подготовка проб почвы .....	72

2.3.2.2. Приготовление почвенной вытяжки .....	72
2.3.2.3. Определение содержания никеля в почвенной вытяжке и фиксирование результатов .....	74
2.3.2.4. Построение графика зависимости содержания никеля в почве от времени .....	74
2.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Оценка усвоения тяжелых металлов из почвы овощными культурами» .....	75
3. Лабораторная работа «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды» .....	76
3.1. Вводная информация .....	76
3.2. Описание работы и перечень оборудования .....	78
3.3. Методика проведения работы .....	81
3.3.1. Эксплуатация водоочистителя .....	81
3.3.2. Контроль содержания химических веществ .....	82
3.3.3. Расчёт эффективности очистки .....	82
3.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды» .....	83
4. Лабораторная работа «Обесцвечивание сточных вод коагуляцией».....	84
4.1. Вводная информация .....	84
4.2. Описание работы и перечень оборудования .....	87
4.3. Методика проведения работы.....	89
4.3.1. Очистка воды коагуляцией .....	89
4.3.2. Контроль полноты очистки .....	90
4.3.3. Оценка эффективности очистки.....	91
4.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Обесцвечивание сточных вод коагуляцией» .....	92
5. Лабораторная работа «Очистка воздуха от диоксида углерода абсорбцией» .....	93
5.1. Вводная информация .....	93
5.2. Описание установки и перечень оборудования .....	94
5.3. Методика проведения работы .....	96
5.3.1. Подготовка и обслуживание установки.....	96
5.3.2. Контроль концентраций диоксида углерода .....	96
5.3.3. Оценка эффективности очистки.....	96
5.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Очистка воздуха от диоксида углерода абсорбцией» .....	97



6. Лабораторная работа «Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией» .....	98
6.1. Вводная информация .....	98
6.2. Описание установки и перечень оборудования .....	99
6.3. Методика проведения работы .....	101
6.3.1. Подготовка и обслуживание установки .....	101
6.3.2. Контроль концентраций диоксида углерода .....	101
6.3.3. Оценка эффективности очистки .....	101
6.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией» .....	101
7. Лабораторная работа «Электрокоагуляционный метод очистки воды» .....	102
7.1. Вводная информация .....	102
7.2. Описание установки и перечень оборудования .....	103
7.3. Методика проведения работы .....	105
7.3.1. Приготовление воды с модельным загрязнением и её очистка .....	105
7.3.2. Определение перманганатной окисляемости по методу Кубеля .....	106
7.3.3. Оценка эффективности очистки .....	107
7.4. Вопросы для самоконтроля к работе «Электрокоагуляционный метод очистки воды» .....	107
Список литературы .....	108
Список нормативных документов .....	109
Приложение	
Методика приготовления растворов для лабораторных работ .....	110

## Введение

Задачи профессиональной подготовки современных специалистов обязательным элементом включают их экологическую подготовку, выступающую как фактор адаптации к существующим требованиям соблюдения технологий инженерной защиты окружающей среды. Данные требования актуальны не только на предприятиях химической промышленности, но и на разнообразных объектах современной производственно-технической, коммунальной, транспортной и т.п. инфраструктуры. Соответствующие вопросы затрагиваются в различной мере в учебных дисциплинах как общеинженерного, так и специализированного циклов в рамках ряда государственных стандартов высшего и среднего профессионального образования. Так, задачи специализированного лабораторного практикума по инженерной защите окружающей среды должны определяться требованиями, предъявляемыми к подготовке современного специалиста инженерного химико-технологического и политехнического профиля, владеющего вопросами промышленной экологии и охраны окружающей среды. Именно поэтому название предлагаемого практикума — «Экология и охрана окружающей среды» (ЭОС) — следует понимать как собирательное, а соответствующий практикум — как типовой для указанной и сходных лабораторий.

Эффективность подготовки в значительной мере зависит от содержания и постановки лабораторного практикума. Предлагаемые к практическому освоению материалы непосредственно отражают применяемые в любой области научно-технической и производственной деятельности технологии и устройства химического обезвреживания и очистки питьевой и сточной воды, газовых выбросов и т.п. Кроме того, важное значение имеет освоение студентами простых и доступных химических методов и средств контроля важнейших экологически значимых параметров изучаемых сред. Лаборатория ЭОС, оснащённая действующим типовым оборудованием для очистки и контроля, помогает студентам понять физико-химическую сущность процессов, протекающих при очистке сточных вод и газовых выбросов, а также определять важнейшие экологически и технологически важные параметры, подлежащие контролю.

Настоящее пособие предназначено как для самостоятельного изучения, так и в качестве практического руководства по применению соответствующего типового комплекта оборудования, поставляемого ЗАО «Криσμαст+». Данный комплект предназначен для проведения практических работ в рамках программ профессионального обучения с отражением вопросов промышленной экологии, экологического мониторинга, природо-

пользования, техники и технологии защиты окружающей среды, безопасности жизнедеятельности и др. в системе среднего и высшего профессионального образования. Комплект пригоден для практического изучения экологических и техногенных факторов, параметров работы водоочистного, энергетического и теплотехнического оборудования, систем водоснабжения и др. Применение комплектов оборудования совместно с методическим пособием позволяет студентам приобретать навыки самостоятельной работы, проведения экологических экспертиз, обеспечения экологической безопасности в бытовых и производственных условиях.

Типовой комплект оборудования построен по модульному принципу. Входящие в состав комплекта модули отражают современные системы очистки воды, воздуха, почвы как на реальных средах, так и на искусственно приготовленных (модельных). Представлены основные методы очистки сред и методы контроля эффективности очистки, типовые очистные устройства и средства контроля.

В состав типового комплекта включено оборудование и учебные пособия, позволяющие изучать:

- закономерности химического и физико-химического осветления природных и сточных вод, а также обеззараживания воды;
- различные методы очистки воды — на образцах промышленно выпускаемых и доступных в регионе бытовых фильтров;
- методы и средства предотвращения загрязнения атмосферы — на устройствах мокрой очистки газов;
- загрязнение литосферы твёрдыми отходами — на установках по контролю состава почвы и др.

Настоящее пособие содержит описания основных лабораторных установок и 6 типовых работ, реализуемых в лаборатории «Экология и охрана окружающей среды». В качестве контрольных модулей при формировании изделия применены серийно производимые научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+» тест-системы и тест-комплекты для контроля качества воды, а также индикаторные трубки для анализа воздуха.

В настоящем руководстве описания методик выполнения аналитических операций изложены с алгоритмическими рисунками, позволяющими улучшить понимание текста и узнаваемость оборудования.

Приведённый материал предназначен как руководство по проведению лабораторных работ, а также для применения при выполнении других, аналогичных, работ.

Лаборатория ЭОС, оснащённая действующим типовым оборудованием для очистки и контроля сточных вод и газовых выбросов, помогает студен-



там понять физико-химическую сущность процессов, протекающих при очистке сточных вод и газовых выбросов, а также определить важнейшие экологически и технологически важные параметры, подлежащие контролю.

В лаборатории студенты не только знакомятся с практической стороной курса, но и приобретают навыки научного исследования.

В основу настоящего издания положены наработки кафедры инженерной защиты окружающей среды Санкт-Петербургского университета промышленных технологий и дизайна с учётом опыта учебно-научных лабораторий других учреждений среднего и высшего профессионального образования.

При подготовке настоящего пособия и формировании соответствующего комплекта оборудования особое внимание было обращено на усиление исследовательских элементов в студенческих работах и введение в практику работ, основанных на химических технологических параметрах, актуальных для охраны окружающей среды и оценки её качества.

Необходимо учитывать всё расширяющийся круг задач в сфере экологически опасного производства, обусловленный оптимизацией существующих отечественных и внедрением импортных технологий. Именно поэтому задачи подготовки специалиста-производственника требуют формирования исследовательского мышления, знания и умения применять разнообразное оборудование для контроля экологически опасных параметров. Данное обстоятельство обуславливает специфику лабораторного курса «Экология и охрана окружающей среды», состоящую в изучении методов и оборудования для изучаемых технологических процессов обработки и очистки в единстве с оборудованием для контроля экологически значимых параметров.

Применение относительно простого оборудования, основанного преимущественно на химических методах (тест-комплектов и тест-систем) для контроля технологических параметров не устраняет инструментальный характер контроля, а подчёркивает его химическую направленность.

По мнению составителей в лабораторном практикуме по инженерной защите окружающей среды нет необходимости представлять целые производства; достаточно представить основные методы и типовое оборудование, что позволит молодым на основе полученных знаний, умений и навыков сделать грамотный выбор способов и форм работы с очистным и контрольным оборудованием, а также путей получения дополнительной информации.

Вместе с тем, учитывая тенденцию усиления практической направленности естественнонаучного и политехнического образования, составители

рассчитывают, в перспективе, расширить круг выполняемых в лаборатории тем, введя в эксперимент более широкий перечень средств оснащения лабораторных установок и оборудования для контроля экологически значимых параметров и его сопряжения с современными системами сбора и обработки информации.

Составители также надеются, что данное пособие и оборудование для лаборатории может быть использовано не только при прохождении студентами данного специализированного лабораторного практикума, но и при создании новых и дооборудовании существующих лабораторных установок разной степени сложности, в первую очередь, в отношении измерительного оборудования. С этой целью в настоящее пособие включены характеристики портативного оборудования, широко применяющегося в вузах для полевого и лабораторного контроля экологически значимых химических параметров технологических и природных сред и объектов.

Следует отметить, что освоение данного практикума требует подготовки от преподавательского состава, причём в отношении как технологической готовности к освоению лабораторных установок, так и применения контрольно-измерительного оборудования.

Отзывы и пожелания просьба направлять по адресу:

ЗАО «Крисмас+», учебный центр.

191119, Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, д. 6.

Тел./факс: (812) 575-55-43, 575-88-14, 575-54-07, 575-50-81 (многоканальный).

Факс: (812) 325-34-79, 713-20-38.

E-mail: [info@christmas-plus.ru](mailto:info@christmas-plus.ru)

<http://shop.christmas-plus.ru>

# 1. Общая информация к лабораторным работам

## 1.1. Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды»

### 1.1.1. Назначение и область применения

Типовой комплект оборудования для лаборатории «Экология и охрана окружающей среды» (далее — ТКО ЭОС) предназначен для проведения практических работ в рамках программ профессионального обучения с отражением вопросов промышленной экологии, экологического мониторинга, природопользования, техники и технологии защиты окружающей среды, безопасности жизнедеятельности в системе среднего и высшего профессионального образования.

Предусматривает использование для демонстраций и проведений лабораторных работ в составе соответствующих лабораторных установок.

ТКО ЭОС построен по модульному принципу. Входящие в состав комплекта модули (наборы, установки) позволяют выполнять работы на реальных и искусственно приготовленных (модельных) средах. В состав ТКО ЭОС включено оборудование, документация и учебное пособие (таблица 1), позволяющие практически изучать экологические природные и техногенные факторы, параметры работы водоочистного оборудования, систем водоснабжения и др.



ТКО ЭОС позволяет студентам приобретать умения и навыки самостоятельной работы, проведения экологических экспертиз, обеспечения экологической безопасности в бытовых и производственных условиях.

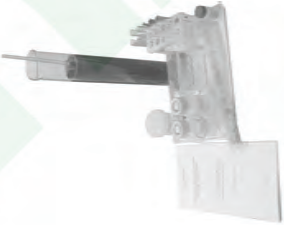

### 1.1.2. Технические характеристики

- Общая масса ТКО ЭОС — не более 35 кг.
- Ресурс индикаторных средств — см. в табл. 1.
- Подготовка к работе — не более 30 мин.
- Продолжительность выполнения анализов — не более 15 мин.
- Методы контроля: визуально-колориметрические, фотоколориметрических, титриметрические, тестовые.
  - Срок годности индикаторных средств — от 1 до 3 лет.
  - При поставке как ТКО ЭОС, так и отдельных установок и наборов в комплект поставки входит настоящее пособие.

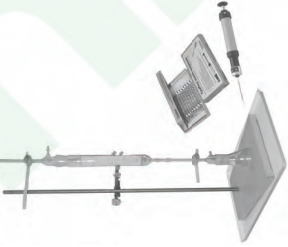
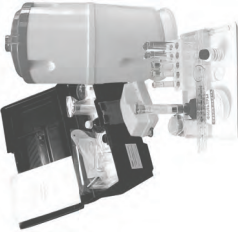
### 1.1.3. Состав и характеристики модулей ТКО ЭОС


Таблица 1

МОДУЛЬ	НАЗНАЧЕНИЕ (лабораторная работа)	СОСТАВ И КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
	<p>Изучение усвоения тяжелых металлов из почвы овощными культурами (миграции в биомассу овощных культур) на примере петрушки (укропа), с оценкой загрязненности почвы и оценкой динамики загрязненности.</p>	<p>Тест-система «Никель-тест» (тест-комплект «Нитрат-тест» (ресурс — не менее 100 анализов)                      Реактив для моделирования загрязнения                      Лабораторная посуда и принадлежности                      Почвогрунт (5 л)                      Семена петрушки (укропа)                      Ящик для рассады                      Картонная коробка-упаковка:                      габаритные размеры — не более 450×250×250 мм;                      вес — не более 7 кг.</p>
	<p>Изучение адсорбционного метода очистки воды на образцах промышленно выпускаемых и доступных в регионе бытовых фильтров с контролем концентрации химических веществ и расчетом эффективности очистки.</p>	<p><b>2. Набор для лабораторной работы «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды», № заказа 3.650-2</b></p> <p>Тест комплекты: «Железо общее», «Нитраты», «Нитриты», «Активный хлор» (ресурс — не менее 100 анализов по каждому определяемому параметру)                      Тест-системы: «Активный хлор», «Железо общее», «Нитрат-тест», «Нитрит-тест» (ресурс — не менее 100 анализов по каждому определяемому параметру)                      Реактивы для моделирования загрязненности                      Прибор для доочистки питьевой воды типа «Гейзер»                      Колба на 50 мл для отбора проб очищенной воды                      Картонная коробка-упаковка:                      габаритные размеры — не более 350×350×300 мм;                      вес — не более 5 кг.</p>

МОДУЛЬ	НАЗНАЧЕНИЕ (лабораторная работа)	СОСТАВ И КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
	<p>Изучение коагуляции как метода очистки и обесцвечивания сточных вод, с контролем полноты и эффективности очистки.</p>	<p>Лабораторная посуда и принадлежности  Реактивы (гидроксид натрия, краситель, полиакриламид, сульфат алюминия)  Шкала цветная для колориметрирования  Картонная коробка-укладка:  габаритный размер — не более 600×300×200 мм;  вес — не более 2,5 кг.</p>
	<p>Изучение работы абсорбера по очистке воздуха от диоксида углерода, с контролем концентрации и оценкой эффективности очистки.</p>	<p><b>4. Лабораторная установка  «Очистка воздуха от диоксида углерода абсорбцией», № заказа 3.650-4</b></p> <p>Индикаторные трубки для определения диоксида углерода — 20 шт, с сопроводительной документацией  Аспиратор «Насос-проботборник НП-3М» или аналогичного типа, с сопроводительной документацией  Реактивы и материалы (карбонат натрия, насадка «кольца Рашига»)  Посуда и принадлежности  Картонная коробка-укладка:  габаритный размер — не более 300×250×200 мм;  вес — не более 3,0 кг.</p>



МОДУЛЬ	НАЗНАЧЕНИЕ (лабораторная работа)	СОСТАВ И КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
<p data-bbox="189 1070 214 1414"><b>5. Лабораторная установка</b></p> <p data-bbox="214 716 243 1414"><b>«Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией», № заказа 3.650-5</b></p> 	<p data-bbox="256 728 352 1136">Изучение работы адсорбера по очистке воздуха от диоксида углерода с контролем концентрации и оценкой эффективности очистки.</p>	<p data-bbox="256 166 374 703">Индикаторные трубки для определения диоксида углерода (20 шт.), с сопроводительной документацией Аспиратор «Насос-проботборник НГП-3М» или аналогичного типа, с сопроводительной документацией Материал — цеолит</p> <p data-bbox="379 208 475 703">Посуда и принадлежности Картонная коробка-укладка: габаритный размер — не более 300×250×200 мм; вес — не более 3,0 кг.</p>
<p data-bbox="611 1070 640 1414"><b>6. Лабораторная установка</b></p> <p data-bbox="640 716 670 1414"><b>«Электрокоагуляционный метод очистки воды», № заказа 3.650-6</b></p> 	<p data-bbox="687 728 832 1136">Изучение электрокоагуляционного метода очистки воды на примере ее осветления, с визуальным контролем концентрации красителя и определением значения ХПК воды в процессе очистки.</p>	<p data-bbox="687 224 783 703">Тест-комплект «Окисляемость перманганатная» (ресурс на 100 анализов) Шкала плёночная образцов окраски для колориметрирования Установка электрохимической очистки воды «БЛС-МЕД-1» (или «Водолей-стандарт»)</p> <p data-bbox="837 208 956 703">Посуда и принадлежности Реактивы и материалы Картонная коробка-укладка: габаритный размер — не более 400×150×150 мм; вес — не более 3,0 кг.</p>

МОДУЛЬ	НАЗНАЧЕНИЕ (лабораторная работа)	СОСТАВ И КРАТКИЕ ХАРАКТЕРИСТИКИ
<p data-bbox="192 381 251 1415"><b>7. Набор-укладка для фотокolorиметрирования «Экотест-2020-К», № заказа 3.300 (дополнительная комплектация)</b></p> 	<p data-bbox="268 731 441 1138">Измерение (количественный анализ) концентраций железа общего, нитритов и никеля при выполнении лабораторных работ № заказов 6.650-1 и 6.650-2. Прибор имеет «прошивку» под методики измерений на основе тест-комплектов.</p>	<p data-bbox="268 186 561 707">Портативный микропроцессорный фотокolorиметр «Экотест-2020-К» с комплектом документации Комплектация: адаптер, кабель коммуникационный USB для подключения к ПК, программное обеспечение Набор ГСО Инструменты и принадлежности Сборник методик измерений (издательство ЗАО «Крисмас+») Жесткий контейнер-укладка: габаритный размер — не более 420x220x190 мм; вес — не более 3 кг.</p>

14

**Примечание.** Подробнее комплектность поставляемого оборудования приведена в паспорте на изделие и сопроводительной документации.

Тест-комплекты «Железо общее» и «Нитриты», входящие в состав набора для лабораторной работы № 2 «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды», могут поставляться с набором-укладкой для фотокolorиметрирования «Экотест-2020-К» (№ 7 в таблице).

ТКО ЭОС поставляется в базовом варианте и в расширенной модификации (табл. 1), а также в виде отдельных модулей (наборов, установок) (табл. 2) с настоящим методическим руководством.

Таблица 2

Номер заказа	Наименование модификации (модуля)
3.650	<b>ЭОС-1</b> , типовой комплект оборудования, базовая модификация (включает 3 набора и 2 установки)
3.650.1	<b>ЭОС-2</b> , типовой комплект оборудования, расширенная модификация (включает 3 набора и 3 установки)

## 1.2. Общие правила работы в лаборатории



*Перед тем как приступить к работе, необходимо подробно ознакомиться с настоящим пособием. Применение комплектов оборудования студентами может происходить только под контролем преподавателя (руководителя работ).*

Большинство используемых методов оценки состояния окружающей среды являются химическими, т.к. позволяют определить компоненты химического состава, и основаны на использовании химических реакций. Поэтому необходимо усвоить соответствующие теоретические сведения и практически освоить основные операции при проведении анализов. Для этого обычно проводится обучение приёмам работы и правилам техники безопасности.

Используемые при выполнении анализа растворы, реактивы, посуда и другие составные части комплекта должны быть предварительно осмотрены.

При осмотре проверяют:

- 1) целостность и герметичность упаковки растворов, реактивов;
- 2) отсутствие повреждений мерной посуды, пробирок, контрольных шкал и т.п.;
- 3) соответствие выбранного для использования реактива (раствора) или посуды требованиям методики анализа, т.е. наличие хорошо и однозначно читаемой этикетки, меток на мерной посуде и т.п.

Методики работы с индикаторными средствами, входящими в состав комплекта, приведены в документации на них и в разделе 1.3.

После проведения анализа мерные склянки и пипетки следует промыть чистой водой, склянки с растворами необходимо герметично закрыть и уложить в места для их хранения.

Основные правила укладки и хранения комплектов:

- 1) все составляющие комплекта следует укладывать строго на предусмотренные для них места в корпусе укладки;
- 2) укладываемая стеклянная и пластмассовая посуда должна быть чистой (промыта чистой водой) и, по возможности, сухой;
- 3) необходимо убедиться в наличии хорошо читаемых этикеток на склянках с химическими реактивами и растворами;
- 4) комплекты и дополнительно расходуемые материалы к ним следует хранить в прохладном месте, не ближе 1 м от отопительных приборов;
- 5) во избежание неконтролируемых нарушений условий хранения комплектов следует ограничить доступ к ним обучаемых;

б) при длительных перерывах в работе с комплектами следует периодически (например, 1 раз в месяц) проверять состояние изделия, в частности, убедиться в герметичности упаковки флаконов с реактивами.

### 1.3. Факторы опасности и меры безопасности при работах



*Перед тем, как приступить к работе, преподавателю необходимо ознакомить студентов с встречающимися в практикуме факторами опасности и мерами безопасности при работе и при подготовке к ней, а также мерами при утилизации (если она проводится). По окончании ознакомления необходимо провести соответствующие тренинги и проверку знаний и умений студентов. Сведения о факторах опасности и мерах безопасности при работе следует использовать в объёме приведённых в настоящем руководстве, а также в документации на комплектующее лабораторные установки оборудование. Применение комплектов оборудования студентами может происходить только под контролем преподавателя (руководителя работ).*

Входящие в состав оборудования реагенты и растворы герметично упакованы во флаконы и в таком виде не представляют опасности при хранении. Хотя изделия, входящие в ТКО ЭОС, не содержат ядовитых и сильнодействующих веществ, при работе с ними необходимо руководствоваться основными правилами безопасности, предусмотренными для работ в химической лаборатории. В частности, при работе в лаборатории недопустимо:

- 1) попадание химикатов и растворов на слизистые оболочки, кожу, одежду;
- 2) курение и использование открытого огня;
- 3) принятие пищи (питья);
- 4) вдыхание воздуха и химикатов, особенно имеющих резкий запах и находящихся в мелкокристаллическом состоянии (образующих пыль).

Необходимо также обращать внимание на герметичность упаковки химикатов (реагентов и растворов), на наличие хорошо и однозначно читаемых этикеток. При работе со стеклянными изделиями и посудой следует соблюдать осторожность во избежание порезов.

При проведении экспериментов по моделированию загрязнений воздуха предусмотрено использование растворов соляной кислоты. При попадании растворов кислоты на кожу необходимо быстро промокнуть раствор любым тампоном (салфеткой, ветошью и т.п.), место попадания обильно промыть струёй воды и вымыть с мылом.



***Особенно опасны кислоты и их растворы при попадании в глаза. В этом случае глаза необходимо немедленно обильно промыть несильной струёй воды, затем 2%-ным водным раствором соды и срочно обратиться к врачу-специалисту.***

Правила техники безопасности при выполнении экспериментов имеют много общего с правилами техники безопасности при выполнении лабораторных опытов и практических работ в химическом кабинете. Поэтому на первых занятиях следует ознакомить обучаемых с этими правилами (или повторить их). В частности, целесообразно ознакомить обучаемых с некоторыми знаками безопасности, предписывающими выполнение конкретных требований безопасности, маркирующими опасные вещества, указывающими местонахождение пожарных кранов, огнетушителей, пунктов медицинской помощи и т.п. Особо следует выделить знаки безопасности, приведённые на рис. 1 и 2.

Во всех случаях при проведении занятий следует соблюдать общие меры предосторожности, принятые при выполнении химического демонстрационного эксперимента и фронтальных лабораторных работ:

- 1) эксперимент в целом рассматривается как потенциально опасный. В нём выделяются элементы повышенной опасности;
- 2) достаточная удалённость от обучаемых (не менее 2,5 м), без снижения наглядности эксперимента;
- 3) для демонстрации могут быть предложены только те эксперименты, которые предварительно отработаны самим преподавателем (лаборантом), причём определены наиболее сложные операции и отработаны приёмы их выполнения.

При выполнении экспресс-анализа воздуха на содержание диоксида углерода с использованием индикаторных трубок некоторые операции представляют потенциальную опасность, в связи с чем рассмотрим подробнее соответствующие факторы опасности.





Едкие вещества



Легковоспламеняющиеся  
вещества



Взрывоопасные вещества



Ядовитые вещества

Рис. 1. Предупреждающие знаки безопасности.



Запрещается оставлять  
неубранными вещества  
и реактивы



Запрещается пробовать  
вещества на вкус



Запрещается оставлять  
реактивы открытыми



Запрещается сливать вещества  
в необорудованные ёмкости



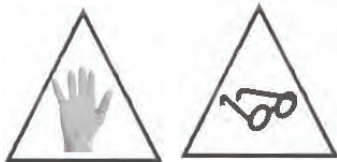
Запрещается менять пробки  
различных сосудов

Рис. 2. Запрещающие знаки безопасности.



При подготовке и проведении анализов с применением индикаторных трубок основным фактором опасности является травмирование кожи рук и глаз острыми краями трубок или осколками стекла при вскрытии и соединении стеклянных трубок. Кроме того, при разливе анализируемых жидкостей или при повреждении корпуса трубки и высыпании наполнителя трубок возможно попадание едких растворов или порошков на слизистые оболочки (рта, глаз), кожу и одежду.

Для предотвращения травмирования при вскрытии стеклянных трубок запаянные концы следует отламывать осторожно, чтобы избежать порезов и попадания осколков стекла в глаза. При подсоединении и отсоединении вскрытой трубки её следует держать как можно ближе к концу, вставляемому в аспиратор, избегая при этом сильного нажима на трубку и сдавливания её руками.



При проведении анализов и при работах с химическими продуктами следует применять средства индивидуальной защиты: защитные очки, резиновые перчатки.

В случаях возникновения травм первую помощь следует оказывать на месте, для чего необходимо иметь индивидуальную аптечку.

При попадании инородного тела в глаза многократно промойте поражённое место проточной водой. При порезах края раны обработайте антисептиком и закройте стерильным пластырем или бинтом. При попадании осколков стекла под кожу или сильных порезах обратитесь к врачу.

Индикаторные трубки (использованные либо с истекшим сроком годности) следует утилизировать, выбрасывая только в специальные мусорные контейнеры, отдельно от бытового мусора. Не выбрасывайте использованные трубки в воду и не оставляйте их в месте проведения анализа.

Соль никеля при попадании в организм человека представляет повышенную опасность и требует особого обращения, а именно: хранения в специальном месте, недоступном обучаемым; использования в сухом виде, а также в виде раствора только самим преподавателем; учёта при её расходовании.

Лабораторные установки и тест-комплекты, включённые в состав типовой лаборатории или приобретённые дополнительно, имеют в своем составе различное оборудование, реактивы, принадлежности, документацию. Поэтому большое значение для длительного и успешного использования оборудования имеет правильная укладка составных частей изделия и обеспечение благоприятных условий при хранении.

## 1.4. Методы и средства контроля оцениваемых параметров

### 1.4.1. Особенности методов и средств контроля оцениваемых параметров

Состав и свойства анализируемых проб могут определяться различными методами: визуальным, органолептическим, визуально-колориметрическим, титриметрическим, турбидиметрическим и расчётным. Параметры почвенных вытяжек (водных, солевых) оцениваются путём их анализа с помощью методов, используемых для анализа соответствующих компонентов в воде.

**Особенности выполнения анализа органолептическими методами.** При выполнении анализа визуальным, органолептическим и турбидиметрическими методами (определение запаха, вкуса, цветности, мутности, концентрации сульфат-ионов) выполняющий анализ должен уметь корректно определять вкус, запах, цвет, степень мутности, используя собственные вкусовые ощущения, обоняние и зрение.

Учитывая субъективный характер оценки, при анализе органолептическими методами целесообразно предложить выполнить анализ также и другому человеку (эксперту). Сопоставив мнения нескольких экспертов по поводу одного и того же образца, можно сделать более обоснованный вывод по результатам анализа.

**Особенности выполнения анализов с применением тест-систем.** Тест-системы (рис. 3) позволяют анализировать воду и водные растворы, а также различные водные среды (почвенные вытяжки, вытяжки из сыпучих материалов и т.п.). Тест-система «Нитрат-тест» позволяет тестировать не только воду, но и соки, овощи, фрукты, а также зелень, что позволяет оценивать качество указанных продуктов по содержанию в них нитратов.

Загрязнённость (химический состав) почвы данным методом может оцениваться путём тестирования предварительно приготовленной почвенной вытяжки (водной, солевой).

Принцип действия ТС для контроля воды и водных сред заключается во взаимодействии исследуемого раствора с гидрофильной основой, обработанной аналитической рецептурой, с образованием окрашенных соединений.

По цвету и интенсивности окраски можно судить об уровне или значении концентрации анализируемого вещества в пробе. Определение с помощью тест-систем носит качественный либо полуколичественный характер, а сами тест-системы являются средствами сигнального контроля.



Рис. 3. Внешний вид тест систем:  
 а — «Никель»; б — «Активный хлор»

Время анализа с помощью тест-систем составляет не более 3–5 мин. Одна упаковка тест-системы позволяет выполнить, как правило, до 100 анализов.

Тест-системы, входящие в состав комплекта оборудования ЭОС, имеют открытые индикаторные полоски («Активный хлор», «Хромат-тест»), а также полоски с полимерной защитой рабочего участка (остальные тест-системы).

В тест-системах с полимерной защитой рабочего участка основа помещена между тонкими прозрачными полимерными плёнками, что обеспечивает точную дозировку тестируемого раствора (впитывается строго необходимое, дозированное количество раствора, после чего наступает насыщение и впитывание прекращается). Принцип действия таких тест-систем показан на рис. 4.

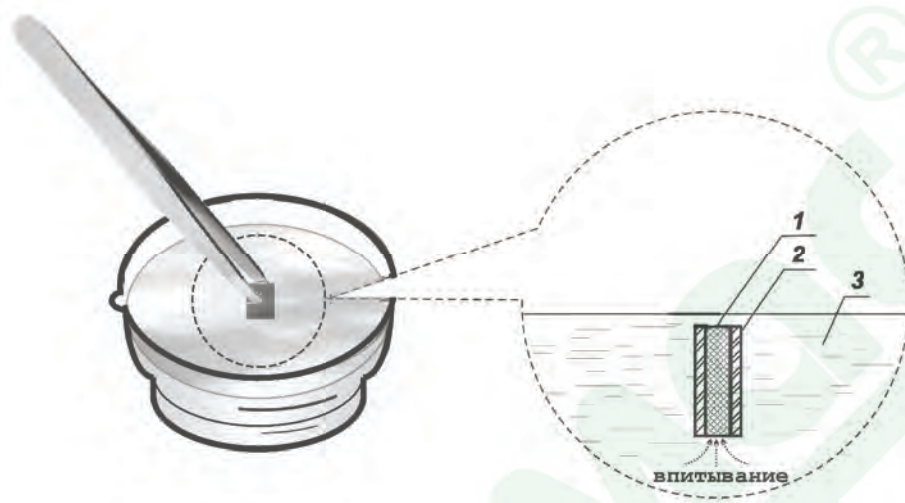


Рис. 4. Тест-система с полимерной защитой рабочего участка:  
 1 — рабочий участок тест-полоски; 2 — защитное полимерное покрытие;  
 3 — анализируемый раствор.

Полимерное покрытие создаёт барьер по отношению к воздействию как омывающего анализируемого раствора, так и факторов окружающей среды (кислорода воздуха, влажности), придавая тем самым ряд положительных качеств соответствующей потребительской форме. Количество анализируемого компонента, попадающее на рабочий участок тест-полоски, можно выразить его массой или числом эквивалентов на единицу площади носителя.

Необходимое количество раствора индикаторная полоска впитывает до насыщения, после чего впитывание прекращается. Таким образом, обеспечивается воспроизводимая дозировка анализируемого раствора на единицу площади индикаторной полосы и стабильность её характеристик при минимальной потребности раствора для анализа.

Некоторые тест-системы производства ЗАО «Крисмас+» (например, «Активный хлор», «Хромат-тест») не имеют полимерной защиты тест-полоски. Отрезок индикаторной полосы в этих случаях нельзя опускать в анализируемый раствор во избежание смыва индикаторной рецептуры с поверхности полосы. Раствор прикапывают пипеткой на отрезок тест-полоски.

Технические характеристики и порядок применения производимых ЗАО «Крисмас+» тест-систем приведены в прилагаемой у тест-системам документации.



Более подробная информация о тест-системах доступна на информационных ресурсах производителя <http://www.christmas-plus.ru/>, <https://shop.christmas-plus.ru/> и др.

**Особенности выполнения анализа колориметрическими методами.** Колориметрическим (от английского colour — цвет) называется метод анализа, основанный на сравнении качественного и количественного изменения потоков видимого света при их прохождении через исследуемый раствор и раствор сравнения. Определяемый компонент при помощи химического реагента переводится в окрашенное соединение, после чего измеряется интенсивность окраски полученного раствора. При измерении интенсивности окраски проб с помощью фотоколориметра метод называется фотоколориметрическим. Соответственно, при измерении интенсивности окраски визуальным способом (например, оценивая на глаз интенсивность окраски сравнительно с цветным образцом колориметрической шкалы) метод называется визуально-колориметрическим.

Интенсивность окраски является мерой концентрации анализируемого вещества. При выполнении анализа визуально-колориметрическим методом (железо общее, нитрат, нитрит) определение проводится в колориметрических пробирках с меткой «5 мл» либо в склянках с меткой «10 мл». В качестве колориметрических пробирок используют обычные пробирки из бесцветного стекла, имеющие внутренний диаметр  $12,8 \pm 0,4$  мм. Пробирки могут иметь несколько меток («5 мл», «10 мл»), показывающих объём (и, следовательно, высоту), до которого следует наполнить пробирку анализируемым раствором (пробой), чтобы обеспечить подходящие условия для визуального колориметрирования. Обычно пробирки стараются подобрать одинаковой формы и диаметра, т.к. от этого зависит высота слоя окрашенного раствора. Аналогично подбираются и склянки для колориметрирования (обычно это аптекарские флаконы диаметром до 25 мм). Визуальное колориметрирование проводят как в вертикальном слое жидкости (глядя сверху через слой раствора), так и в проходящем свете. Способ визуального колориметрирования указывается в методике анализа и на цветной шкале.

Следует иметь в виду, что возникающие в процессе колориметрических реакций окрашенные соединения иногда оказываются малоустойчивы, поэтому при описании приготовления растворов приводят и сроки их хранения.

Для упрощения визуального колориметрирования при анализах окраску раствора-пробы можно сравнивать не с эталонными растворами, а с печатной контрольной шкалой, на которой образцы воспроизводят окраску (цвет и интенсивность) модельных эталонных растворов, приготовленных с соблюдением заданных значений концентрации целевого компонента.

За результат анализа при визуальном колориметрировании принимают то значение концентрации компонента, которое имеет ближайший по окраске образец контрольной шкалы либо модельного эталонного раствора.

Колориметрический метод анализа используется в тест-комплектах (рис. 5) и тест-системах (рис. 6). При использовании тест-комплектов производства ЗАО «Крисмас+» определение концентрации компонента может проводиться как способом визуального колориметрирования по контрольной цветной шкале, так и с помощью фотоэлектроколориметра (полевого или лабораторного) (рис. 7)



Рис. 5. Тест-комплекты производства ЗАО «Крисмас+».



Рис. 6. Тест-системы производства ЗАО «Крисмас+».



Рис. 7. Реализация анализа колориметрическими методами:

- а* — с применением тест-системы «Железо общее»;
- б* — с применением тест-комплекта «Железо общее» по визуально-колориметрической шкале;
- в* — то же с применением полевого колориметра «Экотест-2020» совместно с ноутбуком;
- г* — набор-укладка для колориметрирования «Экотест-2020-К».

### Особенности выполнения анализа титриметрическими методами.

Титриметрический метод анализа основан на количественном определении объёма раствора одного или двух веществ, вступающих между собой в реакцию, причём концентрация одного из них должна быть точно известна. Раствор, концентрация вещества в котором точно известна, называется титрантом, или титрованным раствором. При анализе чаще всего титрант помещают в измерительный сосуд и осторожно, малыми порциями, дозируют его, приливая к исследуемому раствору до тех пор, пока не будет установлено окончание реакции. Эта операция называется титрованием. В момент окончания реакции происходит стехиометрическое взаимодействие титранта с анализируемым веществом, и достигается точка эквива-



Рис. 8. Тест-комплект «Активный хлор» для титриметрического анализа.

лентности. В точке эквивалентности затраченное на титрование количество молей титранта точно равно и химически эквивалентно количеству молей определяемого компонента. Точку эквивалентности определяют, вводя в раствор подходящий индикатор и наблюдая за изменением его окраски либо контролируя какой-либо параметр раствора. В точке эквивалентности титрование обычно заканчивают, хотя «для уверенности» к раствору иногда добавляют ещё несколько капель титранта. По этой причине точка окончания титрования иногда не совпадает с точкой эквивалентности (рис. 8).

Требуемые объёмы растворов при титровании отмеряют с помощью бюреток, мерных пипеток или более простых дозирующих устройств: шприцев, калиброванных капельниц и др. (рис. 9). Наиболее удобны для титрования бюретки с краном.

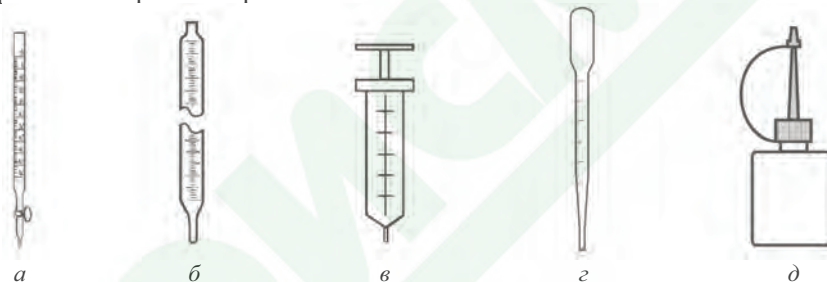


Рис. 9. Средства дозировки растворов:

*a* — бюретка с краном; *б* — мерная пипетка; *в* — шприц-дозатор;  
*г* — пипетка-капельница простая полимерная; *д* — капельница-флакон.

Для удобства заполнения мерных пипеток растворами и титрования их герметично соединяют с резиновой грушей, используя соединительную резиновую трубку.



***Запрещается заполнение пипеток растворами путём их всасывания ртом.***

Ещё удобнее работать с мерными пипетками, устанавливая их в штативе вместе с медицинским шприцем, герметично соединённым с пипеткой гибкой трубкой — резиновой, силиконовой и т.п. (рис. 10).

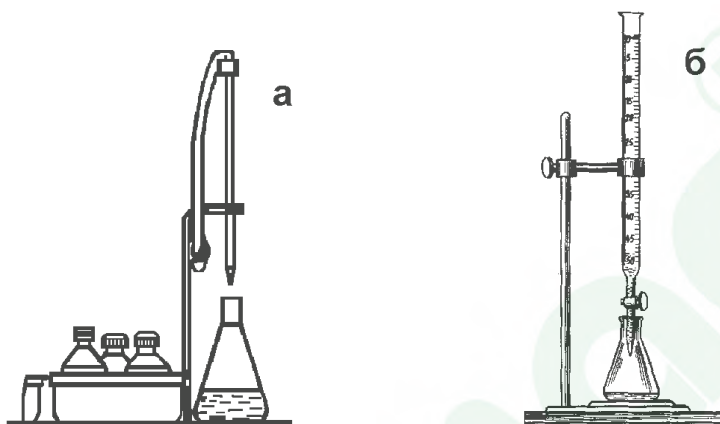
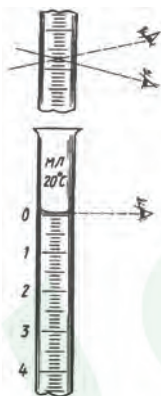


Рис. 10. Установки для титрования в штативах:

*а* — мерная пипетка, *б* — бюретка с краном.



Следует иметь в виду, что измерение объёма раствора в бюретках, мерных пробирках, мерных колбах проводится по нижнему краю поверхности мениска жидкости (в случае водных растворов он всегда вогнут). При этом глаз наблюдателя должен быть на уровне метки. Нельзя выдувать последнюю каплю раствора из пипетки или бюретки. Необходимо знать также, что вся мерная стеклянная посуда калибруется и градуируется при температуре  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , поэтому для получения точных результатов измерения объёмов, при использовании пипеток, бюреток и капельниц температура растворов должна быть близка к комнатной. При использовании мерных колб температура раствора должна быть, по возможности, близка к  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  во избежание заметных ошибок в измерении объёма за счет теплового расширения или сжатия раствора (становится значимым при отклонениях температуры от  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  более чем на  $2\text{--}3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ).

### Особенности выполнения работ с использованием индикаторных трубок.

При работах с использованием индикаторных трубок для контроля концентраций диоксида углерода (лабораторные работы в разделах 5 и 6) следует иметь в виду, что индикаторные трубки применяются совместно с аспиратором НП-3М или аналогичного типа (рис. 11). Кроме того, экс-



пресс-анализ концентрации диоксида углерода носит характер измерения, т.е. выполняется количественным методом. Для правильного выполнения лабораторных работ в разделах 5 и 6 и расчёта эффективности очистки установок необходимо правильно выполнять операции экспресс-анализа. По этим причинам мы остановимся на некоторых особенностях измерений с использованием индикаторных трубок, хотя при освоении работы необходимо подробно ознакомиться с правилами применения аспиратора в паспорте на него.



**Рис. 11. Анализ воздуха с применением индикаторной трубки совместно с аспиратором НП-3М.**

Индикаторные трубки для экспресс-анализа диоксида углерода являются трубками колористического типа. Принцип их действия основан на фильтрации загрязнённого воздуха через наполнитель индикаторной трубки (индикаторный порошок) при просасывании его с помощью насоса-пробоотборника. При этом происходит поглощение определяемого компонента из воздуха и избирательная химическая реакция с нанесённым на наполнитель реагентом, приводящая к образованию окрашенных продуктов.

При использовании колористической индикаторной трубки концентрацию определяют по длине прореагировавшего (изменившего окраску) слоя индикаторной массы, ограниченного началом шкалы и внешней границей окрашенного слоя (рис. 12).

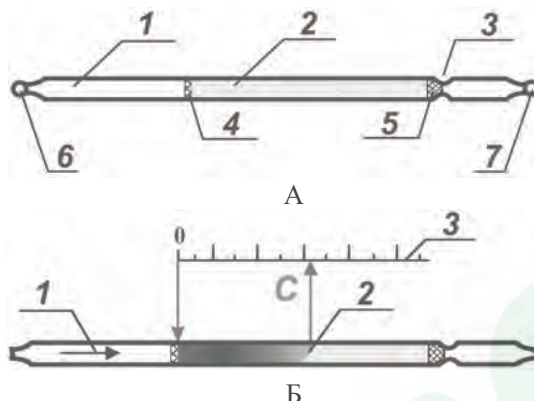


Рис. 12. Колористическая индикаторная трубка:

- А — устройство: 1 — стеклянный корпус; 2 — наполнитель (индикаторный порошок); 3 — перетяжка (на некоторых моделях ТИ может отсутствовать); 4, 5 — тампоны; 6, 7 — запаянные концы;
- Б — принцип действия (определение концентрации по длине изменившего окраску слоя наполнителя): 1 — направление прокачивания воздуха; 2 — граница изменения окраски наполнителя; 3 — шкала (нанесена на корпусе трубки или вложена в футляр).

Аспиратор предназначен для просасывания заданного объема пробы воздуха через индикаторные трубки. В лаборатории «ЭОС» используется в качестве аспиратора ручной поршневой насос-пробоотборник НП-3М либо аспиратор НП-4 аналогичного типа.

Работа аспиратора НП-3М (рис.13) основана на создании разрежения в цилиндре (3) при перемещении штока (5) и заполнении цилиндра газовой средой, поступающей через индикаторную трубку, установленную в уплотнительную втулку (9) на головке (1). При приведении аспиратора в исходное положение воздух из цилиндра выходит через обратный клапан.



Рис. 13. Внешний вид аспиратора НП-3М, выпускаемого с 2014 г.:

- 1 — головка; 2 — переходная втулка; 3 — цилиндр; 4 — крышка; 5 — шток;  
6 — ручка; 7 — гарантийная пломба (может быть развёрнута);  
8 — сигнальное устройство (индикатор завершения прокачивания);  
9 — уплотнительная втулка.

Отверстие на насадке аспиратора НП-3М предназначено для вскрывания запаянных концов индикаторной трубки.

Аспиратор снабжён сигнальным устройством — индикатором завершения прокачивания (8, рис. 13) для контроля окончания просасывания пробы, представляющим собой контрольную мембрану, закреплённую под смотровым окошком. При создании разрежения в цилиндре контрольная мембрана прогибается и при этом из смотрового окошка пропадает изображение чёрной точки. При уравнивании давления внутри цилиндра с атмосферным давлением мембрана возвращается в исходное положение. При этом в смотровом окошке появляется изображение чёрной точки, свидетельствующее об окончании просасывания пробы через индикаторную трубку.

Перед началом работы необходимо провести внешний осмотр и проверку работоспособности аспиратора.

При внешнем осмотре выявляют признаки непригодности (потери качества) индикаторных трубок, к которым относятся:

- истёк срок годности трубок;
- обломаны концы трубки или один из них;
- рассыпан наполнитель;
- имеются следы влаги на внутренней поверхности трубки;
- изменилась первоначальная (сиренево-голубая) окраска наполнителя.

При проверке работоспособности аспиратор предварительно проверяют на герметичность. Для этого проводят пробное прокачивание воздуха, заглушив отверстие входа воздуха каким-либо способом, например, не-вскрытой индикаторной трубкой. Пробное прокачивание воздуха выполняют аналогично рабочему. О герметичности аспиратора НП-3М свидетельствует возвращение поршня в исходное положение после его вытягивания из корпуса примерно на  $1/3$  длины штока.

При выполнении экспресс-анализа диоксида углерода индикаторными трубками следует обратить внимание на правильность подсоединения трубок к аспиратору и полноту прокачивания.

Для более подробного ознакомления с правилами выполнения операций необходимо внимательно ознакомиться с эксплуатационной документацией на аспиратор и индикаторные трубки.

## 1.4.2. Методика применения тест-комплектов

### 1.4.2.1. Тест-комплект «Активный хлор»

Тест-комплект «Активный хлор» используется при выполнении лабораторной работы «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о показателе качества воды «Активный хлор», включая сведения об актуальности и экологической значимости, см. в руководстве [12].

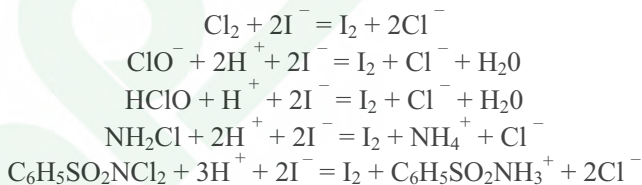
В природной воде содержание активного хлора не допускается; в питьевой воде его содержание установлено в пересчёте на хлор на уровне 0,3–0,5 мг/л в свободном виде и на уровне 0,8–1,2 мг/л в связанном виде. Соединения, содержащие активный хлор, присутствуют в воде преимущественно в связи с их добавлением для целей её обезвреживания, поэтому данный показатель часто называют также остаточным хлором.

Лимитирующий показатель вредности — общесанитарный.

#### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения активного хлора является титриметрическим (метод йодометрического титрования) (ГОСТ 18190, ПНД Ф 14.1:2.113). Данный метод широко применяется для анализа питьевой воды, но может применяться и для анализа природных и очищенных сточных вод.

Определение соединений, способных при растворении в воде образовывать активный хлор, основано на их свойстве в кислой среде выделять из йодида калия свободный йод:



Свободный йод оттитровывают тиосульфатом натрия в присутствии крахмала. Определению мешают сильные окислители, которые также вступают в реакцию с йодидом калия в кислой среде, нитриты, нитраты, соли железа и марганца, хроматы, хлораты и др. Для устранения мешающего влияния указанных компонентов реакцию проводят с ацетатным буферным раствором при  $\text{pH} = 4,5$ . Мешающие окислители оказывают

влияние лишь при концентрациях, в которых они могут присутствовать в сточных водах, но маловероятны в питьевой и природной воде. Метод может использоваться для анализа мутных и окрашенных вод.

Диапазон определяемых значений массовых концентраций активного хлора — от 0,3 до 5 мг/л. Объем пробы, необходимый для анализа, составляет 50 мл при концентрации активного хлора от 0,5 до 5 мг/л, и 250 мл — при концентрации от 0,3 до 0,5 мг/л. Продолжительность определения — около 10 мин.

#### **Перечень используемого оборудования, принадлежностей и реагентов из состава тест-комплекта**

Воронка лабораторная, колба коническая на 100 мл с меткой «50 мл», колба мерная 50 мл, ложка мерная, перчатки защитные, пипетка градуированная для титрования, пипетка градуированная 5 мл для приготовления раствора, пипетка полимерная, пробирка градуированная полимерная с пробкой, шпатель, шприц-дозатор с соединительной трубкой.

Калий йодистый, крахмал растворимый, раствор буферный ацетатный, раствор крахмала (0,5 %) стабилизированный, раствор тиосульфата натрия (0,005 моль/л экв.) стабилизированный, раствор тиосульфата натрия (0,1 моль/л экв.) стабилизированный, стандарт-титр тиосульфата натрия 0,1 моль/л экв.

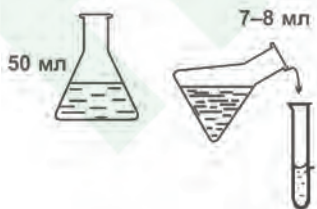
#### **Дополнительно:**

Колба коническая на 500 мл, электроплитка.

#### **ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ**

Подготовка к анализу состоит в периодическом приготовлении раствора крахмала и растворов тиосульфата натрия, при истечении срока годности или израсходовании.

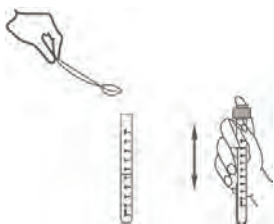
#### **Приготовление раствора крахмала**



#### **1.**

В коническую колбу поместите 50 мл дистиллированной воды. Из колбы перелейте 7–8 мл воды в пробирку.





## 2.

В пробирку добавьте 3 мерных ложки (без горки) крахмала. Пробирку закройте пробкой, содержимое взболтайте для образования суспензии крахмала.



## 3.

Коническую колбу с оставшимся объёмом воды поставьте на плитку с закрытой спиралью и доведите воду до кипения. В кипящую воду полностью перенесите суспензию из пробирки. Смесь доведите до кипения.

Раствор крахмала охладите и храните во флаконе из-под того же раствора, отметив дату его приготовления на этикетке.

Раствор устойчив в течение 4–5 дней. Раствор крахмала после его охлаждения можно стабилизировать добавлением 2–3 капель хлороформа. Срок годности стабилизированного раствора крахмала — 1 мес. при хранении при комнатной температуре и 4 мес. — при хранении в холодильнике (2–5 °С).

Рекомендуется приготовление свежего раствора крахмала накануне выполнения определений.

### ОТБОР И ПОДГОТОВКА ПРОБЫ

*Анализ отобранной пробы на содержание активного хлора следует проводить немедленно, т.к. активный хлор в малых концентрациях присутствует в питьевой воде непродолжительное время (не более нескольких десятков минут).*

Пробы воды рекомендуют отбирать в бутылки из тёмного стекла, предварительно ополоснутые отбираемой водой, в объёме не менее 500 мл.

Пробу предохраняют от прямого солнечного света, нагревания и сотрясений.

Пробы воды не консервируют. Определение следует проводить немедленно после отбора пробы.

Объём пробы анализируемой воды отбирается для анализа в зависимости от предполагаемой концентрации активного хлора в соответствии с табл. 3.

Таблица 3

Предполагаемая концентрация активного хлора, мг/л	Объём пробы, мл
0,3–05	250
0,5–5	50

Подробнее об отборе и подготовке проб см. [12].

### ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



**1.** Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой. Налейте в колбу пробу воды в необходимом (50 мл или 250 мл) объёме до метки, либо для точных измерений, отмерьте пробу с помощью мерного цилиндра.



**2.** Добавьте в колбу пипеткой полимерной 1 мл ацетатного буферного раствора. Содержимое колбы перемешайте.



**3.** Добавьте в колбу около 0,1 г йодида калия, используя шпатель.

**Примечание.** 0,1 г йодида калия заполняет шпатель примерно на 1/4, не образуя горки.

Перемешайте содержимое колбы до растворения соли. При наличии активного хлора раствор приобретает жёлто-бурую окраску.

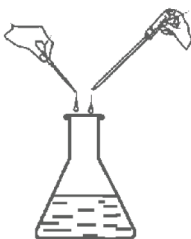
**Примечание.** Отсутствие окраски пробы указывает на отсутствие в анализируемой воде соединений, образующих активный хлор.



**4.**

Соедините шприц-дозатор с пипеткой для титрования. С помощью шприца наберите в пипетку для титрования раствор тиосульфата натрия 0,005 моль/л экв.

Постепенно, по каплям, при перемешивании титруйте на белом фоне содержимое колбы до слабо-жёлтой окраски..



**5.**

Добавьте полимерной пипеткой 0,5 мл раствора крахмала (раствор в колбе синее) и продолжайте титрование по каплям при перемешивании до полного обесцвечивания раствора.

Титрование можно считать законченным, если в течение 0,5 мин окраска раствора не восстанавливается.

**6.**

Определите общий объём раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование (как до, так и после добавления раствора крахмала).

**7.**

Вычислите концентрацию суммарного остаточного активного хлора ( $C_{AX}$ ) в мг/л по формуле:

$$C_{AX} = \frac{V_{TC} \times M \times 35,5 \times 1000}{V_{PP}}$$

где  $V_{TC}$  — объём раствора тиосульфата натрия, израсходованного на титрование, мл;

$M$  — молярная концентрация эквивалента тиосульфата натрия, 0,005 моль/л;

35,5 — молярная масса эквивалента хлора, г/моль;

1000 — коэффициент пересчёта из граммов в миллиграммы;  
 $V_{\text{пр}}$  — объём пробы, взятой для анализа, мл (табл. 3).

При необходимости анализ повторите для уточнения количества раствора тиосульфата натрия, расходуемого на титрование.

**Пример расчёта.** При анализе водопроводной воды в результате титрования пробы объёмом 50 мл раствором тиосульфата с концентрацией 0,005 моль/л эквивалента на титрование израсходовано 0,28 мл раствора тиосульфата. Рассчитаем содержание активного хлора в воде:

$$C_{\text{АХ}} = \frac{0,28 \times 0,005 \times 35,5 \times 1000}{50} = 0,99 \approx 1,0 \text{ мг/л}$$

#### **КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА**

Контроль точности анализа осуществляется путём тестирования образцов контрольных растворов, приготовленных из ГСО 7101-94+7106-94 — имитаторов содержания активного хлора.

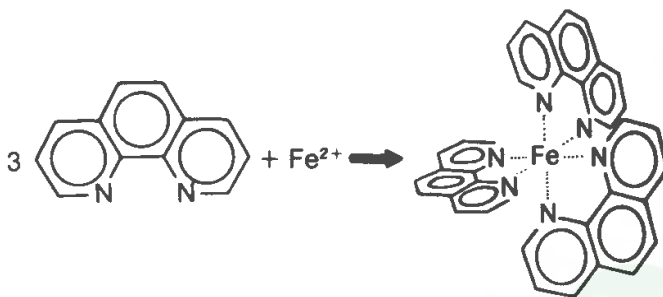
#### **1.4.2.2. Тест-комплект «Железо общее»**

Тест-комплект «Железо общее» используется при выполнении лабораторной работы «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о показателе качества воды «Железо общее», включая сведения об актуальности и экологической значимости, см. в руководстве [12].

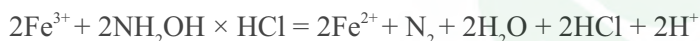
ПДК общего железа в воде составляет для водоёмов хозяйственно-бытового назначения — 0,3 мг/л, рыбохозяйственного назначения — 0,05 мг/л. Лимитирующий показатель вредности — органолептический.

#### **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

Метод определения железа общего является колориметрическим (ГОСТ 4011, МВИ-01-190, ПНД Ф 14.1:2:4.259) и пригоден для анализа питьевой и природных вод. Определение основано на способности катиона железа (II) в интервале pH 3–9 образовывать с орто-фенантролином комплексное оранжево-красное соединение. Реакцию можно представить схемой:



При наличии в воде железа (III) оно восстанавливается до железа (II) солянокислым гидроксиламином в ацетатном буферном растворе при pH 4,5–4,7 по реакции:



Таким образом, определяется суммарное содержание железа (II) и железа (III). Анализ проводится в ацетатном буферном растворе при pH 4,5–4,7.

Метод практически селективен при анализе природных поверхностных вод и питьевой воды. Определению мешают высокие концентрации цианидов, нитритов, полифосфатов; хром и цинк в концентрации, превышающей в 10 раз массовую концентрацию железа; марганец в концентрации более 50 мг/л, кобальт и медь — свыше 5 мг/л и никель — в концентрации свыше 2 мг/л. Мешающее влияние полифосфатов устраняется предварительным кипячением воды с кислотой (превращаются в ортофосфаты); добавлением раствора гидроксиламина устраняется мешающее влияние окислителей.

Окрашенная проба колориметрируется визуально по цветовой контрольной шкале либо фотометрически.

Диапазон определяемых концентраций железа в воде: при визуально-колориметрическом определении — от 0,1 до 1,5 мг/л; при фотоколориметрическом определении (502 нм) — от 0,05 до 2 мг/л.

Объём пробы составляет 10 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин.

#### **Перечень используемого оборудования, принадлежностей, растворов из состава тест-комплекта**

Бумага индикаторная универсальная, мерная склянка с меткой «10 мл» с пробкой, пипетка полимерная на 1 мл (5 шт).



Раствор орто-фенантролина, раствор буферный ацетатный (рН = 4,5), раствор гидроксида натрия (10 %), раствор соляной кислоты (1:10), раствор солянокислого гидросиламина.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски для определения железа общего (0; 0,1; 0,3; 0,7; 1,0; 1,5 мг/л).

**Дополнительно:**

Вода дистиллированная.

При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест-2020» или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

*Расположение оборудования и реактивов для анализа см. в паспорте на тест-комплект «Железо общее».*

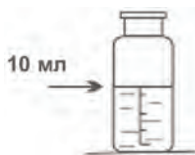
**ОТБОР ПРОБ**

Для отбора проб при анализе железа общего используются пробоотборники (бутыли, батометры и т.п.) из полимерного материала или боросиликатного стекла. Пробоотборник заполняют полностью, чтобы не было контакта пробы с воздухом. Для отделения растворённых форм железа общего от адсорбированных и взвешенных проводят фильтрование проб на месте отбора. Пробу отфильтровывают через мембранный фильтр либо фильтр «синяя лента» (первые порции фильтрата отбрасывают). При отсутствии фильтрования, результатом анализа окажется железо общее, имевшееся в пробе в растворённом, а также в адсорбированном и коллоидном (взвешенном) состояниях. Отобранные пробы следует анализировать в течение 6 ч (т.е. без консервации — в день отбора).

Пробы или их фильтраты могут быть консервированы подкислением до рН менее 2 добавлением 1,0 мл раствора соляной кислоты 1:2 на 100 мл воды. Максимальный рекомендуемый срок хранения законсервированных проб составляет 2 суток при охлаждении до 2–5 °С. При отборе проб для анализа разных показателей, железо общее рекомендуется определять сразу после определения неустойчивых показателей.

*Подробнее об отборе и подготовке проб см. [12].*

## ВЫПОЛНЕНИЕ ОПРЕДЕЛЕНИЯ



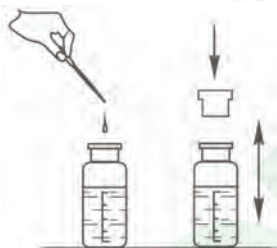
**1.**

Ополосните мерную склянку несколько раз анализируемой водой. Налейте в склянку пробу воды до метки «10 мл». Используя универсальную индикаторную бумагу и полимерную пипетку, а также, в зависимости от pH среды, растворы гидроксида натрия либо соляной кислоты, доведите pH пробы до pH 4–5.

**Примечание.** Для точных анализов объём пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.

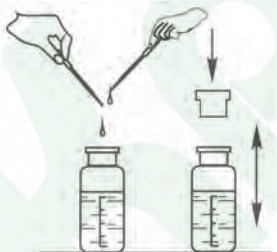


**Соблюдайте осторожность при работе с растворами щелочи и кислоты!**



**2.**

Добавьте в ту же склянку полимерной пипеткой 4–5 капель раствора солянокислого гидроксилamina (около 0,2 мл). Склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



**3.**

Добавьте разными пипетками поочередно 1,0 мл ацетатного буферного раствора и 0,5 мл раствора орто-фенантролина.

После каждого прибавления склянку закройте пробкой и встряхните для перемешивания раствора.

**4.**

Раствор в склянке оставьте на 20 мин. для полного развития окраски.





### 5.

Проведите колориметрирование пробы.

При визуально-колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации железа общего в мг/л.



### 6.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение её оптической плотности на фотоколориметре «Экотест-2020» или аналогичного типа при длине волны 502 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-01-190-09, рассчитайте массовую концентрацию железа общего в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики, значения массовой концентрации железа общего автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

### КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа при определении общего железа может быть выполнен путём анализа специально приготовленного раствора соли Мора  $\text{FeSO}_4 \times (\text{NH}_4)_2\text{SO}_4 \times 6\text{H}_2\text{O}$  или ГСО по иону  $\text{Fe}^{2+}$ .

### 1.4.2.3. Тест-комплект «Нитраты»

Тест-комплект «Нитраты» используется при выполнении лабораторной работы «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о показателе качества воды «Нитраты», включая сведения об актуальности и экологической значимости, см. в руководстве [12].

ПДК нитратов (по  $\text{NO}_3^-$ ):

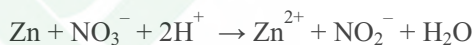
- для питьевой воды и воды водоёмов хозяйственно-питьевого назначения — 45 мг/л;
- для водоёмов рыбохозяйственного назначения — 40 мг/л (9,1 мг/л по азоту);
- для почвы — 130 мг/кг.

Лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

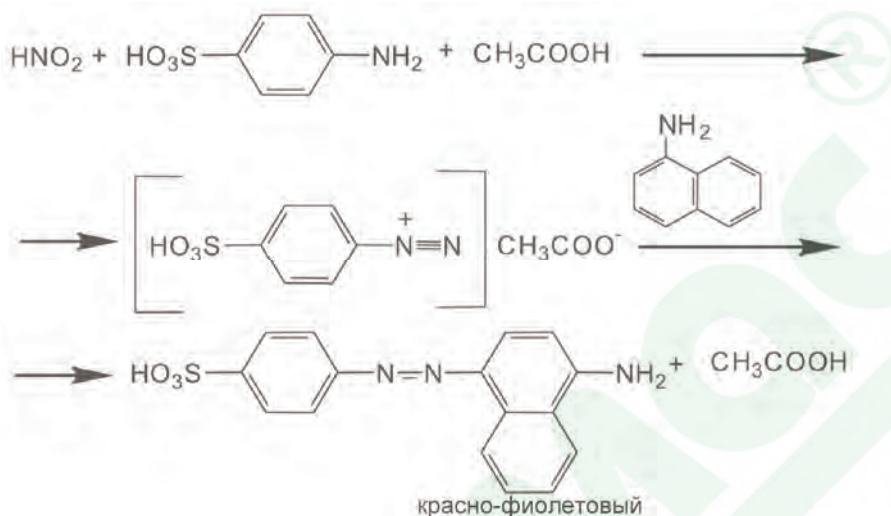
#### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

Метод определения нитрат-ионов (ГОСТ 1030) является визуально-колориметрическим и позволяет выполнять экспресс-анализ питьевой, нормативно-очищенной сточной, природной и др. вод, а также нитратов и нитратного азота в почве.

Определение нитрат-ионов в жидкой пробе (воде или почвенной вытяжке) основано на предварительном восстановлении цинковым восстановителем нитрат-ионов до нитрит-ионов с последующим образованием азокрасителя. Восстановление нитрат-иона до нитрит-иона протекает в слабокислой среде по реакции:



Далее образовавшийся нитрит-ион в слабокислой среде реагирует с реактивом Грисса (смесью сульфаниловой кислоты и  $\alpha$ -нафтиламина). При этом протекают реакции диазотирования и азосочетания, в результате которых образуется азосоединение (азокраситель), имеющее красно-фиолетовую окраску:



Диапазон определяемых концентраций нитрат-ионов в воде составляет от 5 до 90 мг/л при объёме пробы 3 мл. При концентрации нитратов в анализируемой пробе более 90 мг/л определение проводят при соответствующем разбавлении пробы дистиллированной водой.

Продолжительность выполнения анализа — не более 35 мин.

**Перечень используемого оборудования, принадлежностей, реагентов из состава тест-комплекта**

Ложка мерная (4 шт.), пробирка градуированная с пробкой (2 шт.), склянка с метками и пробкой (2 шт.). Дистиллированная вода, порошок цинкового восстановителя, реактив Грисса.

Контрольная шкала образцов окраски проб «Нитрат-ионы» (0–5, 0–15–45–90 мг/л).

*Расположение оборудования и реактивов для анализа см. в паспорте на тест-комплект «Нитраты».*

**ОТБОР ПРОБ**

Для отбора проб при анализе нитрат-ионов используются пробоотборники (бутыли, батометры и т.п.) из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.



Ввиду биогенной активности нитратов в воде, отобранные пробы без консервации должны быть проанализированы в течение 6 ч (в день отбора). Пробы не консервируют. Максимальный рекомендуемый срок хранения проб может быть увеличен до 3 суток при условии их охлаждения до 2–5 °С и до 2 недель при хранении в замороженном виде в посуде из полимерного материала.

*Подробнее об отборе и подготовке проб см. [12].*

## ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



**1.**

Ополосните градуированную пробирку несколько раз анализируемой водой или почвенной вытяжкой. Налейте в пробирку 3 мл анализируемой пробы, прибавьте дистиллированную воду до объема 12 мл, закройте пробкой, перемешайте.



**2.**

Добавьте к содержимому пробирки 1 мерную ложку (без горки) реактива Грисса. Излишки реактива снимите с ложки любым удобным способом (например, другой мерной ложкой). Закройте пробирку пробкой и встряхните для перемешивания раствора.



**3.**

Добавьте в пробирку 1 мерную ложку порошка восстановителя (без горки). Закройте пробирку пробкой и тщательно перемешайте.



**4.** Оставьте пробирку на 30 мин. для полного развития окраски, периодически встряхивая содержимое пробирки.



**5.** Перелейте раствор из пробирки в склянку для колориметрирования до метки «10 мл», стараясь не допустить попадания осадка в склянку.



**6.** Проведите колориметрирование пробы. При визуальном колориметрическом определении склянку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая склянку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрат-ионов ( $C$ ) в мг/л.

#### КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности анализа может быть выполнен путём анализа стандартного раствора нитрат-иона при концентрациях, равных значениям, приведённым для образцов на контрольной шкале.

#### 1.4.2.4. Тест-комплект «Нитриты»

Тест-комплект «Нитриты» используется при выполнении лабораторной работы «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о показателе качества воды «Нитриты», включая сведения об актуальности и экологической значимости, см. в руководстве [12].

ПДК нитритов (по  $\text{NO}_2^-$ ) в воде водоёмов составляет 3,3 мг/л (или 1 мг/л нитритного азота), лимитирующий показатель вредности — санитарно-токсикологический.

#### **МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ**

Метод определения нитрит-иона является колориметрическим и пригоден для анализа питьевой, природной и нормативно-очищенной сточной воды (МВИ-10-149). Определение основано на реакции нитрит-иона с реактивом Грисса (смесью винной и сульфаниловой кислот, а также  $\alpha$ -нафтиламина). При этом протекают реакции диазотирования и азосочетания, в результате которых образуется азосоединение, имеющее красно-фиолетовую окраску. Соответствующее уравнение реакции при аналитическом определении нитритов см. в п. 1.4.2.3 настоящего руководства.

Окрашенная проба колориметрируется визуально по цветовой контрольной шкале либо фотометрически.

Диапазон определяемых концентраций нитрит-иона: при визуально-колориметрическом определении — от 0,02 до 2 мг/л; при фотоколориметрическом определении (525 нм) — от 0,04 до 0,6 мг/л.

Объём пробы составляет 5 мл, продолжительность анализа — не более 30 мин.

#### **ОТБОР ПРОБ**

Для отбора проб при анализе нитрит-ионов используются пробоотборники (бутыли, барометры и т.п.) из полимерного материала или стекла. Предпочтительно выполнение определений на месте отбора проб.

Ввиду биогенной активности нитритов в воде, отобранные пробы без консервации должны быть проанализированы в течение 2 ч.

Пробы могут быть консервированы добавлением 2–4 мл хлороформа на 1 л пробы.

Максимальный рекомендуемый срок хранения проб может быть увеличен: до 24 ч при охлаждении до 2–5 °С, до 2 сут. при добавлении хлороформа и охлаждении до 2–5 °С и до 2 недель при хранении в замороженном виде в посуде из полимерного материала.

*Подробнее об отборе и подготовке проб см. [12].*

### Перечень используемого оборудования, принадлежностей, реагентов из состава тест-комплекта

Пипетка градуированная на 5 мл (в состав некоторых изделий не входит), пробирка колориметрическая с меткой «5 мл» с пробкой (2 шт.), штатив для пробирок.

Реактив Грисса в капсулах по 0,04–0,05 г.

Контрольная цветовая шкала образцов окраски «Нитрит-ион» (0; 0,02; 0,10; 0,50; 2,0 мг/л).

При фотоколориметрическом определении: фотоколориметр «Экотест-2020» или аналогичного типа с кюветой 10 мм.

*Расположение оборудования и реактивов для анализа см. в паспорте на тест-комплект «Нитриты».*

### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



1.

Ополосните колориметрическую пробирку несколько раз анализируемой водой. Налейте в пробирку пробу воды до метки «5 мл».

**Примечание.** Для точных анализов объем пробы отмерьте с помощью градуированной пипетки.



Добавьте в пробирку к пробе содержимое одной капсулы реактива Грисса.

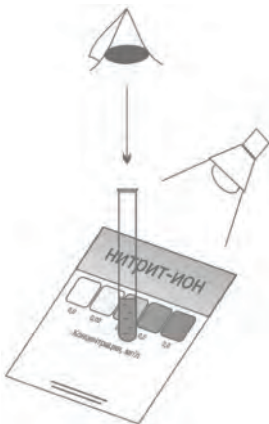
3.

Закройте пробирку пробкой и перемешайте раствор в пробирке встряхиванием до растворения кристаллов реактива.

20 мин



Пробирку с раствором оставьте на 20 мин. до полного завершения реакции.



## 5.

Проведите колориметрирование пробы.

При визуально-колориметрическом определении пробирку с пробой поместите на белое поле контрольной шкалы. Освещая пробирку рассеянным белым светом достаточной интенсивности, наблюдайте окраску раствора сверху вниз. Определите ближайшее по окраске поле контрольной шкалы и соответствующее ему значение концентрации нитрит-иона в мг/л.



## 6.

При фотоколориметрическом определении окрашенную пробу поместите в кювету (10 мм) и определите значение её оптической плотности на фотоколориметре «Экотест–2020» или аналогичного типа при длине волны 525 нм относительно холостой пробы.

Далее, с использованием градуировочной характеристики, заблаговременно построенной согласно МВИ-10-149, рассчитайте массовую концентрацию нитрит-ионов в мг/л.

При использовании фотоколориметра с запрограммированными значениями параметров градуировочной характеристики значения массовой концентрации нитрит-ионов автоматически выводятся на его дисплей. При работе на фотоколориметре руководствуйтесь инструкцией, прилагаемой к прибору.

### КОНТРОЛЬ ТОЧНОСТИ АНАЛИЗА

Контроль точности при определении нитритов проводят путём анализа стандартного раствора с известным содержанием нитрит-иона (ГСО).



#### 1.4.2.5. Тест-комплект «Окисляемость перманганатная»

Тест-комплект «Окисляемость перманганатная» используется при выполнении лабораторной работы «Электрокоагуляционный метод очистки». Информацию о показателе качества воды «Окисляемость перманганатная», включая сведения об актуальности и экологической значимости, см. в руководстве [12].

Нормативы на ХПК для перманганатной окисляемости: для питьевой воды — 5 мг/л, для водоёмов хозяйственно-бытового назначения — 15 мг/л.

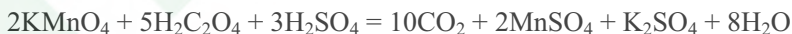
#### МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ

В тест-комплекте «Окисляемость перманганатная» применяется метод определения ХПК в виде перманганатной окисляемости по Кубелю (метод Кубеля), основанный на окислении присутствующих в пробе органических веществ известным количеством раствора перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента при кипячении в сернокислой среде в течение 10 мин. Не вступивший в реакцию перманганат калия восстанавливают щавелевой кислотой. Избыток щавелевой кислоты оттитровывают раствором перманганата калия. Данный метод, используемый при анализе питьевой и слабозагрязнённой природной воды, получил широкое распространение в силу своей относительной простоты. Метод вполне может быть реализован в условиях базового лагеря, производственных или малооснащённых лабораторий. Метод Кубеля установлен международным стандартом ISO 8467. Приводимая ниже методика соответствует ПНДФ 14.2:4.154 и адаптирована к объёму пробы 50 мл.

Уравнение реакции, протекающей при окислении пробы перманганатом, можно схематично записать в виде:



Реакция восстановления перманганата калия щавелевой кислотой описывается уравнением:



Мешающее влияние при определении ХПК оказывают, в первую очередь, хлорид-ионы при их концентрации в пробе свыше 300 мг/л. Учитывая применимость данного метода для анализа питьевой и слабо-

загрязнённой природной воды, мешающее влияние хлоридов считается пренебрежимо малым. Помимо хлоридов, определению могут мешать нитриты, сульфиды (сероводород) и железо (II), однако для незагрязнённых вод их влияние также незначимо.

Диапазон определяемых методом Кубеля значений перманганатной окисляемости — от 0,5 мг/л до 100 мг/л. Пробы с величиной окисляемости более 10 мг/л перед анализом необходимо разбавлять (максимальная кратность разбавления проб — 10).

Объём анализируемой пробы составляет 50 мл, продолжительность анализа — не более 20 мин., включая нагревание проб.

#### **Перечень используемого оборудования, принадлежностей, растворов из состава тест-комплекта**

Воронка (2 шт.), кипелка капиллярная, колба коническая плоскодонная на 100 мл (2 шт.), пипетка градуированная для титрования на 5 мл и на 10 мл (2 шт.) со шприцем-дозатором и соединительной трубкой, пипетка полимерная (4 шт.), стойка-штатив для титрования, флакон для раствора щавелевой кислоты 0,01 моль/л экв., цилиндр мерный на 50 мл.

Раствор кислоты серной 1:3, кислота щавелевая стандарт-титр 0,1 моль/л экв., перманганат калия стандарт-титр 0,1 моль/л экв., раствор перманганата калия основной 0,1 моль/л экв., раствор перманганата калия рабочий 0,01 моль/л экв.

При подготовке к анализу требуются дистиллированная вода, мерные колбы на 100 мл и на 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л (в состав изделия не входят).

*Расположение оборудования и реактивов для анализа см. в паспорте на тест-комплект «Окисляемость перманганатная».*

#### **Дополнительно:**

Кипящая водяная баня с устройством для крепления колб; электроплитка.

#### **ПОДГОТОВКА К АНАЛИЗУ**

Подготовка к анализу состоит в приготовлении следующих растворов, имеющих ограниченные сроки годности:

- раствора серной кислоты (1:15) — применяется для приготовления стандартного раствора щавелевой кислоты;

- основного и рабочего растворов перманганата калия;
- основного и стандартного растворов щавелевой кислоты.

При приготовлении данных растворов требуются мерные колбы на 100 мл и на 1000 мл, термостойкий стеклянный стакан на 1–2 л, дистиллированная вода (в состав изделия не входят).

### Приготовление раствора серной кислоты (1:15)



В термостойкий стеклянный стакан поместите 750 мл дистиллированной воды. К воде медленно, при постоянном перемешивании, добавляйте 250 мл серной кислоты (1:3).



К полученному раствору в стакане полимерной пипеткой по каплям добавляйте при перемешивании раствор перманганата калия с концентрацией 0,01 моль/л экв. до стабильного бледно-розового оттенка. Приготовленный раствор поместите в подходящую посуду с пробкой. Отметьте дату приготовления раствора на этикетке.

Срок годности раствора — 1 год.

### Приготовление основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента)



При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора перманганата калия приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра перманганата калия. Для его приготовления содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в дистиллированной воде. Доведите объём раствора до метки дистиллированной водой и перемешайте. Раствор можно применять не ранее чем через 2–3 недели. Готовым раствором заполните со-

ответствующий освободившийся флакон из состава изделия, оставшийся раствор перелейте в посуду из тёмного стекла. Срок годности раствора — 6 мес. при условии хранения герметично закрытым в тёмном месте.

### Приготовление рабочего раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)



10 мл основного раствора перманганата калия (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой поместите в мерную колбу на 100 мл, доведите объём раствора дистиллированной водой до метки, перемешайте. Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия.

Срок годности раствора — 3 мес. при условии хранения в тёмном месте.

**Примечание.** Для выполнения точных анализов необходимо установить поправочный коэффициент приготовленного рабочего раствора перманганата.

### Установка поправочного коэффициента рабочего раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента)

Поправочный коэффициент раствора устанавливают в день проведения анализа. В коническую колбу налейте 50 мл дистиллированной воды, прибавьте 10,0 мл стандартного раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента) и 5 мл раствора серной кислоты (1:3). Смесь нагрейте до кипения на плитке с закрытой спиралью, слегка охладите (до 80–90 °С) и титруйте рабочим раствором перманганата калия (0,01 моль/л экв.) до слабо-розовой окраски. Поправочный коэффициент ( $K$ ) для приведения концентрации раствора перманганата калия точно к 0,01 моль/л эквивалента рассчитайте по формуле:

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

где 10 — объём раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента), мл;  
 $V$  — объём раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента), мл.

Если поправочный коэффициент раствора отличается от 1 менее чем на  $\pm 0,005$ , то считайте его равным 1.

### Приготовление основного раствора щавелевой кислоты (0,1 моль/л эквивалента)



При израсходовании основного (0,1 моль/л эквивалента) раствора щавелевой кислоты приготовьте новый раствор из имеющегося в составе изделия стандарт-титра.

Для этого содержимое ампулы стандарт-титра количественно перенесите в мерную колбу на 1000 мл и растворите в растворе серной кислоты (1:15).

Доведите объём раствора до метки тем же раствором, перемешайте.

Срок годности раствора — 6 мес. при хранении в тёмном месте.

### Приготовление рабочего раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента)



Поместите 10 мл основного раствора щавелевой кислоты (0,1 моль/л эквивалента) градуированной пипеткой в мерную колбу вместимостью 100 мл и доведите объём до метки раствором серной кислоты (1:15), перемешайте.

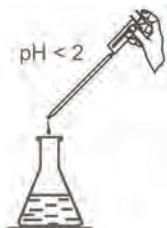
Готовым раствором заполните соответствующий освободившийся флакон из состава изделия.

Срок годности раствора — 2 недели.

### ОТБОР ПРОБ

Для отбора проб при анализе перманганатной окисляемости используются пробоотборники (бутыли, батометры и т.п.) из стекла.





Независимо от того, будет ли проба храниться перед анализом или нет, для предотвращения биохимического окисления органических соединений пробу необходимо подкислить до  $\text{pH} < 2$ , для чего на 50 мл воды добавляют 2,5 мл раствора серной кислоты 1:3.

Данная операция подкисления пробы является неотъемлемой частью анализа и предусмотрена при описании выполнения определения.

Максимальный рекомендуемый срок хранения проб зависит от способа консервации пробы. При использовании стеклянных бутылей максимальный срок хранения подкисленной пробы составляет двое суток при условии её охлаждения до  $2-5\text{ }^{\circ}\text{C}$  и хранения в тёмном месте. При отборе проб в полимерные бутылки подкисленные пробы допускается хранить до 1 мес. при условии замораживания до минус  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Перед взятием части пробы на анализ склянки с пробами встряхивают для перемешивания.

Пробы с высоким ожидаемым значением перманганатной окисляемости разбавляют до значений, находящихся в диапазоне  $0,5-10\text{ мг/л}$ .

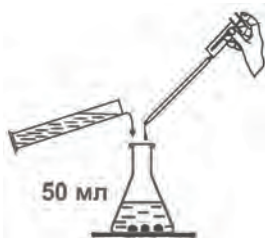
*Подробнее об отборе и подготовке проб см. [12].*

## ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Непосредственно перед выполнением анализа обратите внимание на операции, которые должны быть выполнены заблаговременно для обеспечения успешности и правильности определения, в частности:

- Вся посуда (колбы, цилиндр, пробирки и т.п.), используемая при определении, должна быть тщательно вымыта и высушена.
- Пробы с высоким ожидаемым значением перманганатной окисляемости разбавляются до значений, находящихся в диапазоне  $0,5-10\text{ мг/л}$ .
- Перед анализом следует подготовить к работе кипящую водяную баню с устройством для крепления колб.
- При выполнении определения предполагается, что при отборе проб выполнено их подкисление. Если этого сделано не было, проведите их подкисление как описано ниже в п. 1.

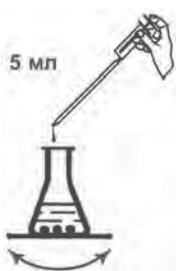


1.

Ополосните коническую колбу несколько раз анализируемой водой.

Поместите в колбу несколько кипелок, добавьте цилиндром 50 мл анализируемой пробы воды и градуированной пипеткой — раствор серной кислоты (1:3) в количестве 2,5 мл.

**Примечание.** Если подкисление пробы уже выполнено, то его повторять не следует.



2.

Туда же градуированной пипеткой добавьте 5,0 мл раствора перманганата калия (0,01 моль/л эквивалента). Содержимое колбы перемешайте покачиваниями.



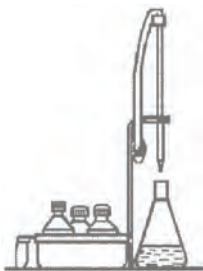
3.

Накройте колбу стеклянной воронкой для уменьшения испарения и поместите колбу на электрическую плитку. Нагрейте смесь до кипения и кипятите в течение 10 мин. Затем снимите колбу с плитки и дайте раствору остыть до 80–90 °С.



4.

Далее к горячему раствору градуированной пипеткой при перемешивании добавьте 10,0 мл рабочего раствора щавелевой кислоты (0,01 моль/л эквивалента) и дождитесь обесцвечивания раствора.



### 5.

Горячий обесцвеченный раствор титруйте на белом фоне с использованием градуированной пипетки рабочим раствором перманганата калия до бледно-розового оттенка, сохраняющегося не менее 30 с.

Определите израсходованное при титровании количество раствора перманганата калия ( $V_1 = V_0 - V_k$ ) с точностью до 0,05 мл ( $V_1$ , мл).

#### Примечание.

Температура смеси при титровании не должна быть ниже 80°C. Для этого колбу рекомендуется периодически опускать в кипящую водяную баню.



Если раствор при кипячении обесцветится или побуреет, определение необходимо повторить с разбавленной пробой. Определения повторяют и в том случае, если раствора перманганата расходуется более 60% от добавленного количества, т.е. более 6 мл на 50 мл пробы. При титровании разбавленных проб должно быть израсходовано не менее 20% от добавленного количества перманганата, т.е. не менее 2 мл.

Холостой  
опыт

### 6.

Выполните холостой опыт, повторяя операции 1–5, используя в качестве пробы 50 мл дистиллированной воды. При титровании в холостом опыте аналогично определите количество раствора перманганата ( $V_x$ ). Расход раствора перманганата (0,01 моль/л эквивалента) не должен превышать 0,3 мл.

## 7.

Рассчитайте значение перманганатной окисляемости (перманганатный индекс) по Кубелю ( $I_{Mn}$ ) в мг/л по формуле:

$$I_{Mn} = \frac{(V_1 - V_X) \times 0,01 \times K \times 8 \times 1000}{V_{II}} = (V_1 - V_X) \times 1,6,$$

где  $V_1$  и  $V_X$  — количество рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л эквивалента, израсходованное на титрование пробы и в холостом опыте соответственно, мл;

8 — молярная масса эквивалента кислорода, г/моль;

0,01 — концентрация рабочего раствора перманганата калия, моль/л эквивалента;

$K$  — поправочный коэффициент для концентрации рабочего раствора перманганата (принимается равным 1 либо определяется по результатам установления его значения, см. «Подготовка к анализу»);

1000 — коэффициент пересчета из граммов в миллиграммы;

$V_{II}$  — объём пробы, взятой на анализ (50 мл).

Результат анализа округлите: при значениях перманганатной окисляемости менее 10 мг/л — до десятых долей; от 10 до 100 мг/л — до целого числа.

**Пример расчёта.** При определении перманганатной окисляемости пробы воды объёмом 50 мл из артезианской скважины на титрование израсходовано  $V_1 = 3,0$  мл рабочего раствора перманганата с концентрацией 0,01 моль/л экв. На титрование 50 мл дистиллированной воды того же раствора в холостом опыте израсходовано  $V_X = 0,15$  мл. Поправочный коэффициент для концентрации раствора перманганата принят равным 1.

Значение перманганатной окисляемости пробы составляет:

$$I_{Mn} = \frac{(3,0 - 0,15) \times 1 \times 80}{50} = 4,56 \approx 4,6 \text{ мг/л}$$

### 1.4.3. Методика применения тест-систем

#### 1.4.3.1. Тест-система «Активный хлор»

Тест-система «Активный хлор» применяется при предварительном оценочном экспресс-определении уровня концентрации активного хлора в растворе модельного загрязнения в работе «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о содержании активного хлора как показателе качества воды см. в п.1.4.2.1.

#### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Внимательно изучите порядок проведения тестирования на обложке тест-системы!



**1.**

Извлеките индикаторную полоску из чёрного пакета. Отрежьте от индикаторной полоски рабочий участок размером около  $1 \times 1$  см (оставшуюся часть индикаторной полоски поместите обратно в чёрный пакет).

**2.**

Нанесите на рабочий участок каплю анализируемой пробы до образования равномерного смоченного пятна.



Посинение полоски указывает на наличие активного хлора.

**3.**

Определите концентрацию активного хлора, сразу же сравнив окраску в месте растекания капли, в зоне наиболее плотной окраски, с образцами на контрольной шкале (см. инструкцию к тест-системе «Активный хлор»). За результат анализа принимайте значение концентрации, соответствующее ближайшему по окраске образцу шкалы (при промежуточной окраске — соответствующий интервал концентраций).



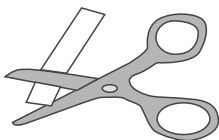
### 1.4.3.2. Тест-система «Железо общее»

Тест-система «Железо общее» применяется при предварительном оценочном экспресс-определении уровня концентрации общего железа (суммы Fe(II) и Fe(III)) в растворе модельного загрязнения в работе «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о содержании железа общего как показателе качества воды см. в п. 1.4.2.2.

#### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Внимательно изучите порядок проведения тестирования на обложке тест-системы!



1.

Извлеките индикаторную полоску из пакета. Отрежьте ножницами от индикаторной полоски рабочий участок размером не менее  $5 \times 5$  мм (оставшуюся часть полоски поместите обратно в пакет).

5-10 с



2.

Не снимая полимерного покрытия, захватите рабочий участок полоски пинцетом и опустите его в раствор. Выдержите рабочий участок в растворе 5–10 с.



1 мин.

3.

По истечении 1 мин. определите суммарную концентрацию ионов железа (II) и (III), сравнивая окраску рабочего участка с образцами на цветовой контрольной шкале. Значение концентраций принимайте по окраске

Контрольная шкала					
Концентрация железа общего, мг/л	0	30	50	100	1000
Окраска рабочего участка					

ближайшего образца цветовой контрольной шкалы в мг/л (при промежуточной окраске — соответствующий интервал концентраций).



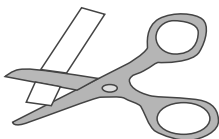
### 1.4.3.3. Тест-система «Никель-тест»

Тест-система «Никель-тест» применяется при полуколичественном экспресс-определении уровня концентрации ионов никеля ( $\text{Ni}^{2+}$ ) в растворе модельного загрязнения и почвенной вытяжке в работе «Усвоение тяжёлых металлов из почвы овощными культурами». Информацию о содержании никеля и других тяжёлых металлах в почве см. в руководстве [7].

#### ВЫПОЛНЕНИЕ ТЕСТИРОВАНИЯ ПОЧВЕННОЙ ВЫТЯЖКИ



Внимательно изучите порядок проведения тестирования на обложке тест-системы!



1.

Извлеките индикаторную полоску из пакета. Отрежьте ножницами от индикаторной полоски рабочий участок размером не менее  $5 \times 5$  мм.

5-10 с



2.

Не снимая полимерного покрытия, захватите рабочий участок полоски пинцетом и опустите его в раствор (вытяжку). Выдержите рабочий участок в растворе 5–10 с.

Контрольная шкала				
Концентрация катионов $\text{Ni}^{2+}$ , мг/л	0	10	100	1000
Окраска рабочего участка				

3.

По истечении 3 мин. определите концентрацию ионов никеля, сравнивая окраску рабочего участка с образцами на цветовой контрольной шкале. Значение концентраций принимайте по окраске ближайшего образца цветовой контрольной шкалы в мг/л (при промежуточной окраске — соответствующий интервал концентраций).

#### 4.

Рассчитайте содержание никеля в пробе почвенного раствора  $C_{Ni2}$  в мг/л по формуле:

$$C_{Ni2} = \frac{C_{Ni1} \times V}{m},$$

где  $C_{Ni1}$  — концентрация ионов никеля в водной вытяжке, мг/л;

$V$  — объём вытяжки, мл;

$m$  — масса образца, г.

#### 1.4.3.4. Тест-система «Нитрат-тест»

Тест-система «Нитрат-тест» применяется при предварительном оценочном экспресс-определении уровня концентрации нитратов в растворе модельного загрязнения в работе «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о содержании нитратов как показателе качества воды и пищевых продуктов см. в п.1.4.2.3.

#### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Внимательно изучите порядок проведения тестирования на обложке тест-системы!



#### 1.

Извлеките индикаторную полоску из чёрного пакета. Отрежьте ножницами от индикаторной полоски рабочий участок размером не менее  $5 \times 5$  мм.

5-10 с



#### 2.

Не снимая полимерного покрытия, захватите рабочий участок пинцетом и опустите его в раствор (сок). Выдержите рабочий участок в растворе 5–10 с.

### Контрольная шкала

Концентрация нитрат-ионов, мг/л (мг/кг)	0	50	200	1000
Окраска рабочего участка				

**3.**

По истечении 3 мин. определите концентрацию нитрит-ионов, сравнивая окраску рабочего участка с образцами на цветовой контрольной шкале. Значение концентраций принимайте по окраске ближайшего образца цветовой контрольной шкалы в мг/л (при промежуточной окраске — соответствующий интервал концентраций).

#### 1.4.3.5. Тест-система «Нитрит-тест»

Тест-система «Нитрит-тест» применяется при предварительном оценочном экспресс-определении уровня концентрации нитритов в растворе модельного загрязнения в работе «Адсорбционная очистка питьевой и сточной воды». Информацию о содержании нитритов как показателе качества воды и пищевых продуктов см. в п.1.4.2.4.

#### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА



Внимательно изучите порядок проведения тестирования на обложке тест-системы!



**1.**

Извлеките индикаторную полоску из пакета. Отрежьте ножницами от индикаторной полоски рабочий участок размером не менее  $5 \times 5$  мм.

**2.**

Не снимая полимерного покрытия, захватите рабочий участок пинцетом и опустите его в раствор. Выдержите рабочий участок в растворе 5–10 с.

5-10 с



### Контрольная шкала

Концентрация нитрит-ионов, мг/л	0	1	3	30	300
Окраска рабочего участка					

### 3.

По истечении 3 мин. определите концентрацию нитрит-ионов, сравнивая окраску рабочего участка с образцом на цветовой контрольной шкале. Значение концентраций принимайте по окраске ближайшего образца цветовой контрольной шкалы в мг/л (при промежуточной окраске — соответствующий интервал концентраций).

#### 1.4.4. Методика определения концентраций диоксида углерода с помощью индикаторных трубок

Индикаторные трубки модели ТИ-[ИК-К] совместно с аспиратором НП-3М или оборудование аналогичных типов применяются при выполнении лабораторных работ «Очистка воздуха от диоксида углерода абсорбцией» и «Очистка воздуха от диоксида углерода адсорбцией». Подробная информация о методе анализа загрязнений воздуха с применением индикаторных трубок совместно с аспиратором типа НП-3М приведена в руководстве [13].

#### Перечень используемого оборудования, принадлежностей, растворов из состава тест-комплекта

Аспиратор типа «Насос-пробоотборник ручной НП-3М» или аналогичного типа.

Индикаторные трубки для определения углекислого газа.

#### ВЫПОЛНЕНИЕ АНАЛИЗА

Перед началом работы внимательно прочитайте инструкцию по применению индикаторных трубок и аспиратора.



**1.**

Вскройте индикаторную трубку на  $\text{CO}_2$  с обоих концов, используя отверстие в головке насоса. Обратите внимание на первоначальный цвет наполнителя индикаторных трубок.



*Соблюдайте осторожность при вскрытии индикаторной трубки во избежание порезов осколками стекла!*



**2.**

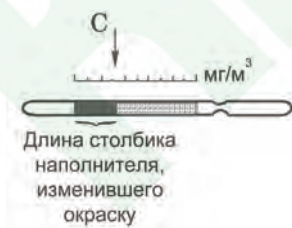
Подсоедините индикаторную трубку со стороны выхода воздуха к аспиратору.

**3.**

Прокачайте через индикаторную трубку воздух помещения (улицы, парка) в количестве, указанном в инструкции по применению индикаторной трубки, сделав требуемое количество качаний аспиратором.

**Примечание.**

При 1 полном прокачивании насосом через индикаторную трубку просасывается  $100 \text{ см}^3$  воздуха. Момент окончания прокачивания контролируйте по индикатору завершения прокачивания (около 1 мин.). Об окончании цикла прокачивания свидетельствует появление чёткого изображения точки в окошке индикатора.



**4.**

Отметьте изменение окраски наполнителя и длину прореагировавшего столбика наполнителя после прокачивания. Расположите индикаторную трубку рядом со шкалой, изображённой на этикетке, и определите величину концентрации углекислого газа ( $\text{C}_2$ ) в  $\text{мг/м}^3$  по границе столбика, изменившего окраску.

## 5.

При необходимости пересчитайте концентрацию  $\text{CO}_2$  из  $\text{мг/м}^3$  в объёмные % по формуле:

$$C_1 = \frac{C_2 \times 10^{-4} \times 22,4}{M},$$

где  $C_1$  — концентрация газа в объёмных %;

$C_2$  — концентрация газа в  $\text{мг/м}^3$ ;

$M$  — молярная масса углекислого газа ( $M=44$ ).

**Примечание.** При необходимости получения результата измерений концентрации двуокси углерода с учётом фактических значений температуры и влажности воздуха используйте методику расчёта, приведённую в сопроводительной документации на трубки индикаторные модели ТИ-[ИК-К].





# КОМПЛЕКСНОЕ ОСНАЩЕНИЕ ОБРАЗОВАТЕЛЬНЫХ УЧРЕЖДЕНИЙ

Производим оборудование, позволяющее организовать педагогический процесс в соответствии с требованиями Федерального государственного образовательного стандарта.

**Christmas**<sup>®</sup>

МЫ ВСЕГДА ОТКРЫТЫ ДЛЯ СОТРУДНИЧЕСТВА!

[christmas-plus.ru](http://christmas-plus.ru)  
[krismas.pf](mailto:krismas.pf)

Наборы типового учебного оборудования по биологии, химии, физике, географии, экологии, ОБЖ и технологиям.

Учебные лаборатории для проведения экологически ориентированных практикумов и учебно-исследовательских работ.

Комплектное оборудование для летней полевой практики и экспедиционной работы.

Учебную, игровую, аудиторную и лабораторную корпусную и металлическую мебель.

Лабораторное оборудование для проведения демонстрационных работ преподавателем.

Школьные классы естественнонаучного цикла.

Технические средства обучения.

Наглядные пособия.

Наборы посуды и химических реактивов для проведения лабораторных работ обучающимися.

Стендовое оборудование для профильного и высшего образования.

Кабинеты сварки.

Станочное оборудование.

Оборудование для медицинских кабинетов и многое другое, необходимое для организации современного и эффективного педагогического процесса.

**Christmas**<sup>®</sup> **MI**  
ЛАБОРАТОРНАЯ  
КАБИНЕТНАЯ  
МЕБЕЛЬ

**СОЮЗ** ЭКОЛОГО-  
АНАЛИТИЧЕСКИЙ  
ИНФОРМАЦИОННЫЙ  
ЦЕНТР

**УО** УЧЕБНОЕ  
ОБОРУДОВАНИЕ  
Санкт-Петербургское общественное учреждение  
содействия образовательному процессу

**Christmas**<sup>®</sup>  
УЧЕБНЫЙ  
ЦЕНТР



ЗАО «Крисмас+»

191119, Санкт-Петербург, ул. Константина Заслонова, д. 6  
тел. (812) 575-50-81, 575-57-91; факс: (812) 325-34-79 (круглосуточно);  
E-mail: [info@christmas-plus.ru](mailto:info@christmas-plus.ru)



Учебный центр ЗАО «Крисмас+» (аттестат аккредитации №RU.ИОСО.11007 системы добровольной сертификации «УЧСЕРТ» Российской академии образования) проводит обучение и стажировку по приёмам и методам работы с оборудованием для учебных экологических исследований и мониторинга состояния окружающей среды, а также лабораторными приборами и оборудованием, производимыми и поставляемыми научно-производственным объединением ЗАО «Крисмас+».

Учебный центр работает с работниками аналитических лабораторий, учителями школ, педагогами дополнительного образования, преподавателями вузов, студентами, курсантами и т.п.

Обучение, стажировка и консультирование проводятся очно и заочно, с отрывом и без отрыва от работы. Расходы на проезд до Санкт-Петербурга, питание и проживание несёт направляющая сторона. С обучаемыми работают опытные методисты системы повышения квалификации педагогов и специалисты. Выдаются документы об обучении.



**С заявками обращаться:**

191119, Санкт-Петербург,  
ул. Константина Заслонова, д. 6

Факс: (812) 325-34-79

Тел. 8 (800) 302-9225  
(бесплатный звонок по России)

E-mail: [info@christmas-plus.ru](mailto:info@christmas-plus.ru)

<http://www.christmas-plus.ru>

<http://крисмас.рф>