



Міністерство освіти і науки України
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
БУДІВНИЦТВА ТА АРХІТЕКТУРИ

Ю.М. Данченко, Т.М. Обіженко, В.А. Андронов, Н.В. Сасенко

**ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ.
ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ**

Навчально-методичний посібник

Харків 2017

Міністерство освіти і науки України
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
БУДІВНИЦТВА ТА АРХІТЕКТУРИ

Ю.М. Данченко, Т.М. Обіженко, В.А. Андронов, Н.В. Сасенко

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ.
ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ

Навчально-методичний посібник

Рекомендовано
науково-методичною радою університету
як навчально-методичний посібник
для студентів спеціальностей
183 «Технології захисту навколишнього середовища»,
161 «Хімічні технології та інженерія»,
151 «Автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології»

Харків 2017

УДК 54(075)

В.О. Юрченко, д.т.н., професор, завідувач кафедри безпеки життєдіяльності та інженерної екології Харківського національного університету будівництва та архітектури

О.Б. Скородумова, д.т.н., професор кафедри спеціальної хімії та хімічної технології, Харківський національний університет цивільного захисту України.

Рекомендовано кафедрою загальної хімії,
протокол № 10 від 25.01.2017 р.
Затверджено науково-методичною радою університету,
протокол № від 2017 р.

Автори: Ю.М. Данченко,
Т.М. Обіженко,
В.А. Андронов,
Н.В. Саєнко

Д – 19 Ю.М. Данченко, Т.М. Обіженко та ін. Фізико-хімічні методи аналізу. Лабораторний практикум: Навчально-методичний посібник. – Х.: ХНУБА, 2017. – 57 с.

У навчально-методичному посібнику викладені основні теми для лабораторного практикуму з дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу забруднюючих речовин та санітарно-хімічний аналіз»: «Електрохімічні методи аналізу», «Оптичні методи аналізу», «Методи розділення та концентрування». До розділу «Основи лабораторного фізико-хімічного практикуму» включено техніку безпеки, правила роботи в хімічній лабораторії, техніку визначення основних фізичних величин. Для самоперевірки в кожному розділі наведений перелік тестових питань.

Посібник призначений для навчальних цілей, інженерних та наукових досліджень.

Іл. 54, табл. 13, бібліогр. 5 назв.

© Ю.М. Данченко, Т.М. Обіженко та ін., 2017

ЗМІСТ

Вступ	4
Розділ I ОСНОВИ ЛАБОРАТОРНОГО ФІЗИКО-ХІМІЧНОГО ПРАКТИКУМУ	5
Загальні вимоги. Техніка безпеки. Правила роботи в хімічній лабораторії.....	5
Хімічний посуд та прилади. Скорочені теоретичні відомості.....	7
Техніка визначення основних фізичних величин.....	16
Питання для підготовки до тесту.....	19
Розділ II ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	20
<i>Лабораторна робота № 1.</i> Визначення рН розчину з використанням скляного електрода методом прямої потенціометрії.....	20
<i>Лабораторна робота № 2.</i> Визначення концентрації кислот HCl та CH ₃ COOH при їх сумісній присутності методом кислотно-основного потенціометричного титрування.....	24
<i>Лабораторна робота № 3.</i> Визначення вмісту NO ₃ ⁻ - іона методом прямої потенціометрії.....	28
<i>Лабораторна робота № 4.</i> Визначення питомої електропровідності води прямою кондуктометриєю.....	30
Питання для підготовки до тесту.....	34
Розділ III ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ	35
<i>Лабораторна робота № 5.</i> Фотоколориметричний аналіз забарвлених речовин за власним поглинанням.....	35
<i>Лабораторна робота № 6.</i> Визначення вмісту Fe (III) у вигляді тіоціанатного комплексу.....	37
<i>Лабораторна робота № 7.</i> Турбідиметричне визначення сульфатів.....	40
<i>Лабораторна робота № 8.</i> Рефрактометричний аналіз. Визначення показника заломлення рідин.....	44
Питання для підготовки до тесту.....	49
Розділ IV МЕТОДИ РОЗДІЛЕННЯ ТА КОНЦЕНТРУВАННЯ	51
<i>Лабораторна робота № 9.</i> Визначення вмісту KCl з використанням іонного обміну та потенціометричного титрування.....	51
<i>Лабораторна робота № 10.</i> Екстракційно-рефрактометричний метод визначення нафтопродуктів у воді.....	53
Питання для підготовки до тесту.....	56
Список рекомендованої літератури.....	57

ВСТУП

Підготовка кваліфікованих кадрів зі спеціальностей: 183 «Технології захисту навколишнього середовища», 161 «Хімічні технології та інженерія» та 151 «Автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології» неможливий без вивчення фізико-хімічних методів аналізу. Це пов'язано з тим, що фізико-хімічні методи лежать в основі усіх хімічних технологій: виробництва будівельних полімерних матеріалів, хімічних процесів переробки та знешкодження побутових відходів, контролю впливу хімічних виробництв на стан навколишнього природного середовища і багатьох інших галузей. Фізико-хімічні та хімічні методи аналізу використовуються під час розробки нових енерго- і ресурсозберігаючих технологій виробництва полімерів та будівельних виробів з них, лежать в основі впровадження екологічно чистих сучасних технологій, що створюються у відповідності до принципів «зеленої хімії» та «зеленої енергетики».

Лабораторний практикум «Фізико-хімічні методи аналізу» розроблений на підставі навчальних програм дисциплін для спеціальностей 161 «Хімічні технології та інженерія», 183 «Технології захисту навколишнього середовища» та 151 «Автоматизація та комп'ютерно-інтегровані технології». Програмами навчальних дисциплін «Аналітична хімія та фізико-хімічний аналіз» і «Фізико-хімічні методи аналізу забруднюючих речовин та санітарно-хімічний аналіз» передбачено поряд з теоретичною частиною (лекційним курсом) проведення практикуму, який складається з виконання лабораторних робіт і тестових завдань.

Основною метою практикуму є ознайомлення з основними фізико-хімічними та хімічними методами кількісного хімічного аналізу об'єктів природного та штучного походження, уміння поводження з розповсюдженими приладами для аналізу та використання математичного апарату для статистичної обробки результатів аналізу. Внаслідок вивчення навчальних дисциплін студент повинен знати теоретичні основи фізико-хімічних методів аналізу, принципи будови і роботи приладів, їх класифікацію, сучасний стан і перспективи та вміти використовувати набуті знання в професійній діяльності, моделювати та прогнозувати розвиток фізико-хімічних процесів у певних термодинамічних системах.

Виконання студентами лабораторних робіт потребує засвоєння теоретичного матеріалу, а також навичок у проведенні численних фізико-хімічних аналізів. Тому кожна лабораторна робота складається з короткої теоретичної частини, методики проведення експерименту, вказівок до оформлення результатів дослідів. Закінчується тема задачами та вправами. Посібник також містить таблиці, рисунки і перелік рекомендованої літератури. Все вище означене сприяє кращому засвоєнню матеріалу.

Розділ I ОСНОВИ ЛАБОРАТОРНОГО ФІЗИКО-ХІМІЧНОГО ПРАКТИКУМУ

Загальні вимоги. Техніка безпеки. Правила роботи у хімічній лабораторії

Під час *роботи в хімічній лабораторії* необхідно виконувати наступні загальні правила.

1. Перед лабораторною роботою необхідно ретельно вивчити теоретичні питання щодо теми роботи, властивості хімічних речовин, які використовуються, а також правила роботи з приладами та устаткуванням.

2. Точно дотримуватися порядку та послідовності проведення дослідів у відповідності до методики.

3. Дотримуватись правил безпеки поведінки в лабораторії.

4. Уважно слідкувати за перебігом досліду, фіксувати спостереження в лабораторному журналі.

5. Не скидати в каналізаційні мережі тверді осадки, папір, розчини хімічних речовин. Користуватися для цього спеціальним посудом.

6. Прилади та реактиви загального користування не виносити на своє робоче місце.

7. Під час проведення дослідів користуватися чистим (іноді і сухим) посудом.

8. Після роботи навести порядок на своєму робочому місці, повернути прилади та устаткування, вимити посуд.

Під час *роботи з хімічними реактивами* необхідно виконувати наступні правила.

1. Для виконання експериментів використовувати реактиви в тих кількостях, які вказані в методиці.

2. Сухі речовини (порошки) необхідно брати шпателем, рідкі – піпетками. Для кількісного аналізу необхідно використовувати мірний посуд. Для кожного реактиву користуватись окремим посудом.

3. Користуватись реактивами тільки зі склянок з підписами.

4. Надлишок реактиву, що взятий зі склянки, для попередження забруднення реактиву не повертати у склянку.

5. Не плутати кришки зі склянок з реактивами. Після використання реактиву негайно закривати склянку кришкою та повертати її на місце.

6. Склянки з концентрованими кислотами та лугами, отруйними речовинами, речовинами з сильним запахом необхідно повертати на місце під витяжною шафою та ретельно закривати кришками.

Під час роботи необхідно виконувати *правила техніки безпеки*.

1. Не допускати дій, які могли б привести до виникнення небезпеки для працюючих та оточуючих людей.

2. Виконувати тільки дослідів, що передбачені планом роботи.

3. Реактиви, посуд та устаткування використовувати тільки у відповідності до методики.

4. Виключити контакт хімічних реактивів зі шкірою та одягом.

5. Усі досліди з отруйними речовинами та речовинами з сильним і різким запахом проводити виключно у витяжній шафі при включеній примусовій вентиляції.

6. Після закінчення дослідів з виділенням газів негайно зупинити реакцію та вилити вміст пробірки в спеціальний посуд.

7. Не вдихати газу, що виділяється під час дослідів. Для визначення запаху необхідно, тримаючи склянку на відстані 20-30 см від носа, обережно вдихати повітря, легко спрямовуючи його рукою від склянки до себе.

8. Усі досліди виконувати стоячи, за виключенням реєстрації показників приладів та занесення даних до лабораторного журналу.

9. Не користуватися ротом для набору в піпетку концентрованих розчинів кислот та лугів, використовувати для цього гумову грушу.

10. Під час розведення концентрованих кислот необхідно додавати кислоту у воду цівкою та обережно перемішувати розчин.

11. Категорично забороняється пробувати реактиви на смак.

12. Забороняється приносити в лабораторію їжу та напої, палити, а також гучно розмовляти, відволікати інших.

13. Після роботи необхідно ретельно вимити руки з милом.

14. У лабораторії необхідно бути зібраним та дисциплінованим. Порушення правил техніки безпеки в лабораторії може привести до порізів рук склом, опіків гарячими предметами, кислотами, лугами. При цьому необхідно негайно звернутися до викладача або персоналу лабораторії для надання першої медичної допомоги.

Основні *правила першої допомоги.*

1. У випадку поранення склом необхідно видалити залишки скла з рани, намазати навкруги розчином йоду, перев'язати бинтом та заклеїти пластыром.

2. У випадку опіку рук або обличчя будь-якою речовиною необхідно змити її великою кількістю води, або розведеною оцтовою кислотою (у випадку опіку лугом), або розчином соди (у випадку опіку кислотою) та знову змити водою.

3. У разі опіку гарячою рідиною або предметом місце опіку обробити слабким розчином перманганату калію, а потім маззю від опіків. Можна присипати опік содою та перев'язати бинтом.

4. У випадку хімічних опіках очей необхідно ретельно промити очі водою та звернутися до лікаря.

***Правила пожежної безпеки* в лабораторії.**

1. З вогнебезпечними реактивами працювати на відстані від вогню.

2. Нагріваючи пробірку на відкритому полум'ї, тримати її з нахилом від себе та оточуючих людей. Полум'я повинно торкатись стінок пробірки, а не її дна.

3. Категорично забороняється нагрівати герметично закриті склянки.

4. Гарячі предмети брати тільки спеціальними пінцетами та затискачами.

5. У випадку спалаху органічних розчинників використовувати для гасіння пісок, азбест, вогнегасники. Забороняється використовувати воду.

6. Виходячи з лабораторії, необхідно перевірити, чи виключені газ, вода, та електроенергія.

Перед початком роботи обов'язково пройти інструктаж з техніки безпеки.

Хімічний посуд та прилади

Більшість хімічного посуду, приладів та устаткування хімічної лабораторії виготовляється зі скла, яке не підлягає впливу більшості хімічних реагентів та зручне з точки зору надання йому будь-якої форми. Недоліком скла є його крихкість, а також порівняно низька температура плавлення. Спеціальне скло (пірекс), що збагачене кварцом і містить оксид бору, має більш високу температуру плавлення та витримує великі температурні перепади: посуд з пірексу можна нагрівати на відкритому полум'ї. Для виготовлення хімічного посуду та іншого лабораторного устаткування використовують також фарфор, кварц, графіт, тефлон, платину, золото та інші хімічно інертні матеріали.

Найбільш розповсюджені зразки *скляного посуду* представлені на рис. 1.1–1.19.

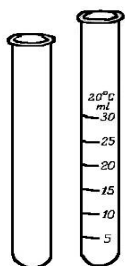
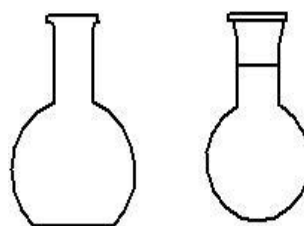


Рисунок 1.1 – Пробірки



а – кругла плоскодонна;
б – кругло донна

Рисунок 1.2 – Колби

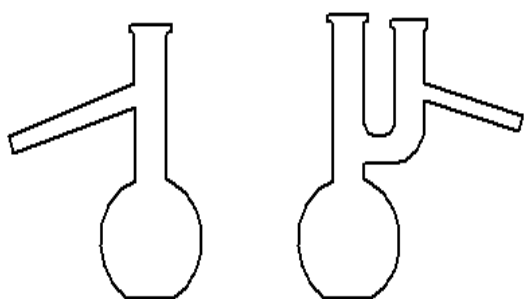


Рисунок 1.3 – Колби для дистиляції
(колби Вюрца)

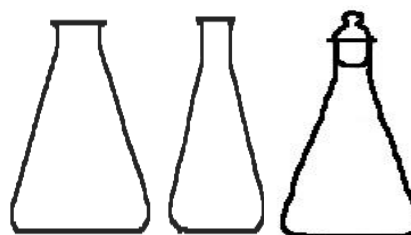


Рисунок 1.4 – Конічні
колби Ерленмейера

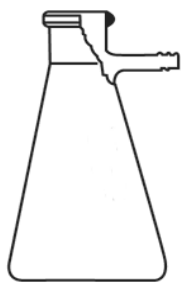
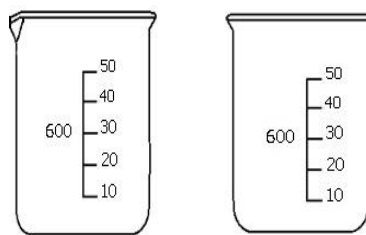


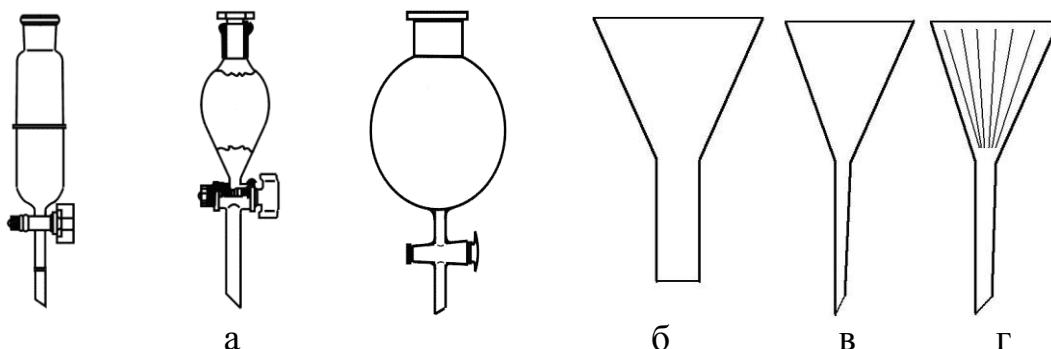
Рисунок 1.5 – Колба конічна з боковим відводом (колба Бунзена)



а б

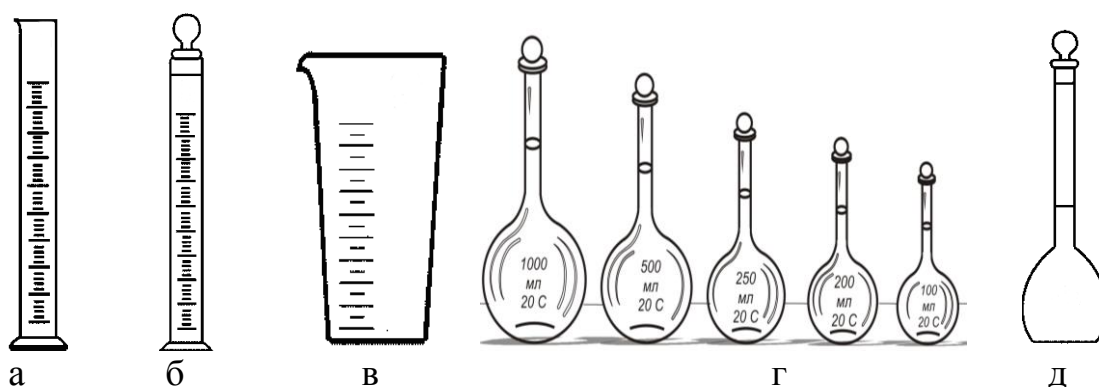
а – з носиком; б – звичайний

Рисунок 1.6 – Хімічні стакани



а – ділильні; б – лійки з короткою широкою трубкою для порошків; в – крапельна лійка; г – для фільтрування

Рисунок 1.7 – Лійки



а – циліндр звичайний; б – циліндр з притертою пробкою; в – мензурка; г – мірні колби; д – пікнометр

Рисунок 1.8 – Мірний посуд

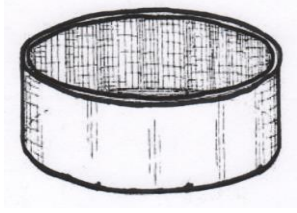


Рисунок 1.9 – Кристалізатор

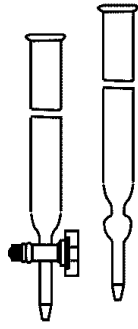


Рис. 1.10 – Бюретки

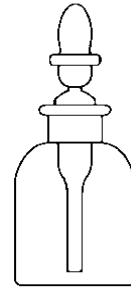


Рис. 1.11 – Крапельниця

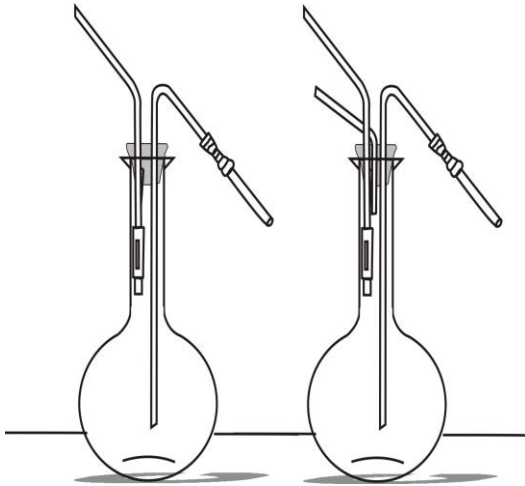
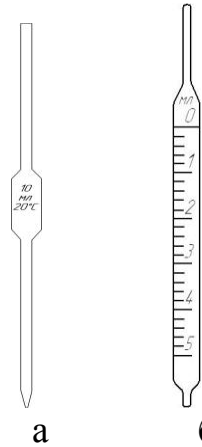


Рисунок 1.12 – Промивалки



а – звичайна; б – градусована

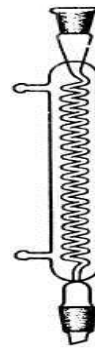
Рисунок 1.13 – Піпетки



а



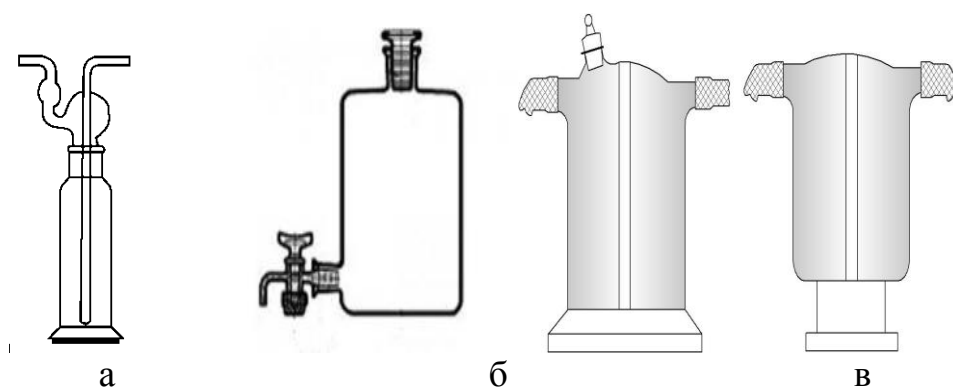
б



в

а – Лібіха; б – обернений кульковий; в – обернений змієвиковий

Рисунок 1.14 – Холодильники



а – Дрекселя; б – Вульфа; в – Тищенко
 Рисунок 1.15 – Промивні склянки для газів

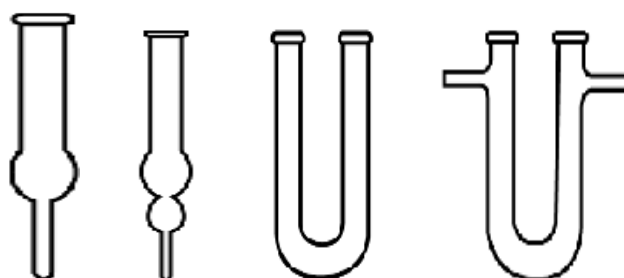
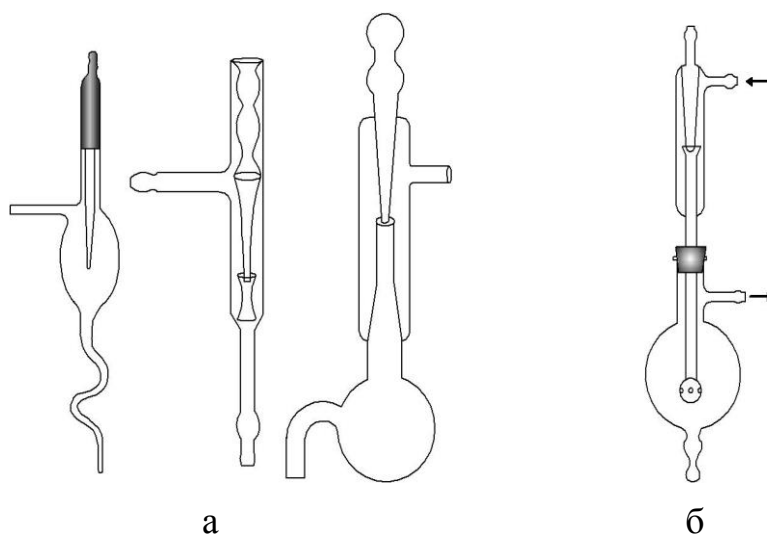
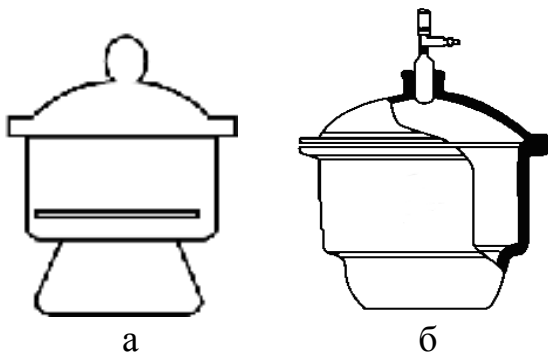


Рисунок 1.16 – Хлоркальцієві трубки



а – вакуум-насоси; б – нагнітальні

Рисунок 1.17 – Водострумні скляні насоси



а – звичайний; б – вакуум-ексикатор

Рисунок 1.18 – Ексикатори

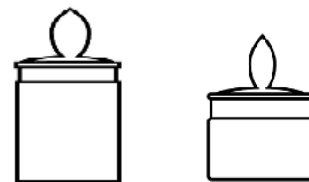


Рисунок 1.19 – Склянки для зважування (бюкси)

Порцеляновий посуд представлений на рис. 1.20-1.24. Він механічно та термічно більш міцний, ніж скляний.



Рисунок 1.20 – Тигель



Рисунок 1.21 – Ступка с пестиком



Рисунок 1.22 – Лійка Бюхнера

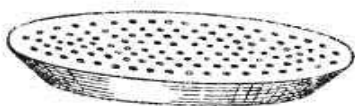


Рисунок 1.23 – Сітка для фільтрування



Рисунок 1.24 – Ложка-шпатель

Лабораторні нагрівальні прилади представлені на рис. 1.25-1.32.



Рисунок 1.25 – Електричні плитки



Рисунок 1.26 – Електричні водяні бані



Рисунок 1.27 – Піщана баня



Рисунок 1.28 – Електричний колбонагрівач

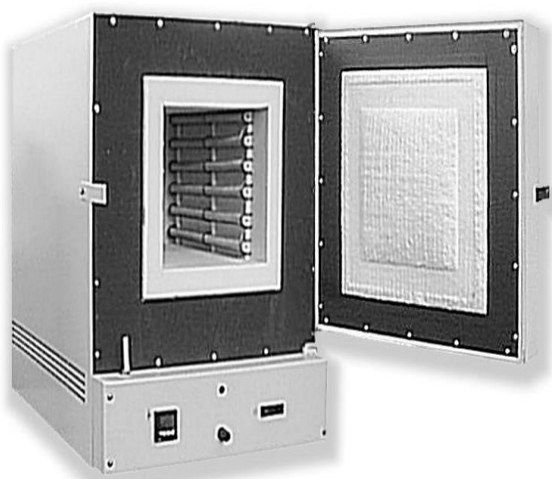


Рисунок 1.29 – Електрична муфельна піч



Рисунок 1.30 – Сушильна шафа



Рисунок 1.31 – Газова горілка Бунзена



а

б

а – скляна; б – металічна

Рисунок 1.32 – Спиртові горілки

Лабораторне устаткування представлене на рис. 1.33-1.38



Рисунок 1.33 – Пінцет



Рисунок 1.34 – Держатель для пробірок



Рис. 1.37 – Тринога

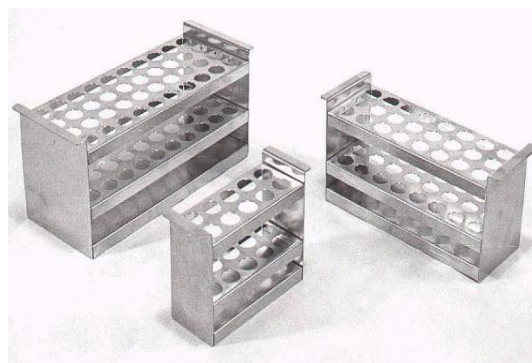
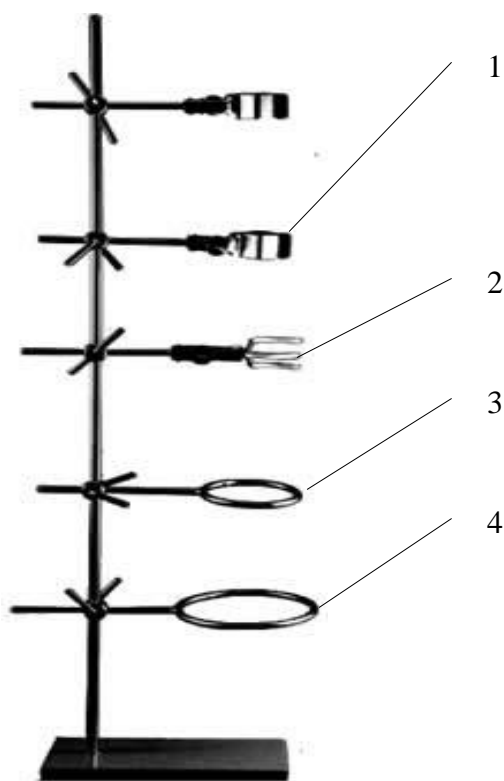


Рисунок 1.36 – Штативи для пробірок



1 – лапки; 2 – вилка; 3 – кільце мале відкрите; 4 – кільце велике відкрите

Рисунок 1.35 – Універсальний штатив з набором



Рисунок 1.38 – Тигельні щипці

Основні прийоми роботи з хімічним посудом

Пробірки (від лат. probation – випробування) – вузькі, циліндричної форми посудини з закругленим дном різної величини та діаметру з різного скла (рис.1.1). Пробірки використовуються для проведення якісних мікрохімічних або демонстраційних дослідів. Під час нагріву пробірку тримають за допомогою утримувача (рис.1.34).

Колби. В колбах виконують досліди з достатньо великими кількостями реагуючих речовин. Для нагрівання колб використовують сітки з азбесту. Іноді необхідні колби з притертими пробками. Для проведення реакцій та перегонки рідин використовуються колби Вюрца (рис.1.3), Клайзена, Арбузова та ін. Конічні колби Ерленмейера знаходять широке використання в аналітичних роботах (титрування) (рис.1.4). Для закривання колб користуються часовим склом або скляною кришкою. Колби Бунзена (рис.1.5) необхідні для фільтрування через вакуум-насос, тому їх виготовляють з товстого скла.

Хімічні стакани – це тонкостінні склянки різного об'єму, бувають з носиками та без них. Їх не можна нагрівати на відкритому полум'ї.

Лійки служать для переливання рідин, засипання порошків та для фільтрування (рис.1.7). Вони бувають різних діаметрів. Ділильні лійки використовують для розділення рідин, що не змішуються, наприклад, води і

олії. Крапельні лійки служать для додавання в реакційну масу рідини невеликими порціями.

Мірний посуд. Циліндри, стакани, колби, мензурки – склянки з нанесеними на стінці діленнями, які вказують об'єм у мілілітрах. Посуд може бути градуйованим і мати усі ділення, а може мати тільки одне ділення, що вказує на максимальний об'єм.

Кристалізатори – товстостінні скляні плоскодонні посудини різних діаметрів та об'ємів (рис.1.9). Їх використовують для перекристалізації речовин та для випарювання на водяній бані.

Бюретки (від франц. burette – трубка з діленнями і краном) використовують під час титрування для вимірювання точних об'ємів (рис.1.10). Це скляні трубки з краном. Для роботи їх закріплюють на штативах у лапках.

Крапельниці (рис.1.11) – це склянки для рідин, що використовуються краплями.

Промивалки. Служать для промивання осадів дистильованою водою чи іншим розчином, для змивання осадів з фільтрів та стінок посуду.

Піпетки (від франц. pipette – крапельниця) служать для точного вимірювання певного об'єму рідини або газу (рис.1.13).

Холодильники – прилади, що використовуються для охолодження та конденсації парів (рис.1.14). Холодильники, які призначені для збирання конденсату, називають прямими, а холодильники, в яких конденсат повертається у процес – оберненими.

Промивні склянки для газів використовуються під час аналізів газоподібних речовин. Вони бувають різних модифікацій (рис.1.15).

Хлоркальцієві трубки (рис.1.16) використовують для попередження потрапляння речовин (вуглекислого газу, парів води та ін.) з повітря у різні чисті речовини.

Водострумні скляні насоси (рис.1.17) використовують для прискорення фільтрування, у процесах перегонки для створення вакууму над киплячою рідиною та ін. За їх допомогою можна отримати розрідження до 5-12 мм рт. ст. залежно від температури та напору води.

Ексикатори (від лат. exsiccate – висушувати) – скляні товстостінні прилади, що призначені для тривалого висушування та для зберігання речовин, які легко поглинають вологу з повітря (рис.1.18). Закриваються кришками з намазаним вазеліном шліфом.

Бюкси використовуються для зважування на аналітичних вагах (рис.1.19).

Порцеляновий посуд (рис.1.20 – 1.24) більш міцний, не боїться сильного нагрівання, але важкий та непрозорий.

Лабораторні нагрівальні прилади (рис. 1.25 – 1.32) обираються з урахуванням необхідних операцій проведення аналізу, температури, особливостей нагрівання.

Устаткування. В аналітичних лабораторіях широко використовують різноманітне устаткування з металів і сплавів (рис. 1.33 – 1.38): пінцети для тримання невеликих предметів; утримувачі для пробірок; штативи, які служать

для стійкого кріплення на них різних приладів та посуду; штативи для пробірок; триноги як підставки для бань; тигельні щипці тощо.

Техніка визначення основних фізичних величин

Вимірювання маси речовини (зважування)

Зважуванням називають порівняння маси даного тіла з відомою масою гир, вираженою у певних одиницях (*мг, г, кг* тощо). Залежно від точності, з якою проводять зважування, ваги розділяють на наступні групи:

- 1) для грубого зважування (точність до грамів);
- 2) для точного зважування (точність від 1 до 10 *мг*);
- 3) аналітичні:
 - а) звичайні (точність до 0,1...0,2 *мг*);
 - б) напів мікрохімічні (точність до 0,01...0,02 *мг*);
 - в) мікрохімічні (точність до 0,001 *мг*);
 - г) ультрамікрохімічні (точність до 10^{-6} ... 10^{-9} *мг*);
- 4) спеціальні (пробірні, торзійні тощо).

Кожні ваги мають свої важки, тобто набір тарованих (з точно визначеною масою) гир. На кожній гирі важків позначена її маса, яка має назву номінальної (рис.1.39 – 1.40). Для зважування важками необхідно користуватись пінцетом. Після зважування треба повертати їх у коробку. Класти їх на ваги можна тільки в неробочому стані (при закритому аретири).



Рисунок 1.39 – Точні важки

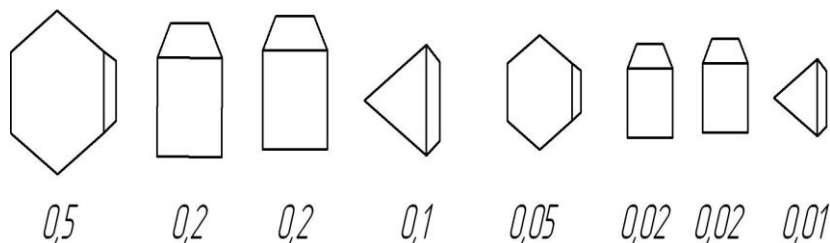
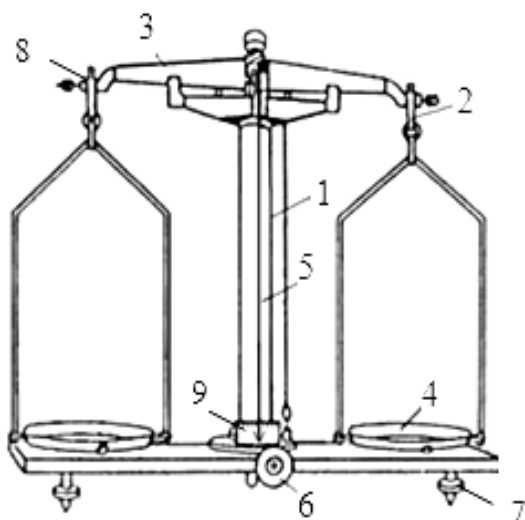


Рисунок 1.40 – Міліграмові важки

Розрізняють ваги для грубого та точного зважування. Для грубого зважування користуються важільними, чашковими або циферблатними вагами. Точність зважування не перевищує 0,5%. При точному зважуванні є можливість зважувати з точністю до 10 *мг* або навіть до 1 *мг*. Ваги для точного зважування бувають аптечні (або ручні), технохімічні та аналітичні.

Технохімічні ваги дозволяють зважувати з точністю до 0,01 *г* (рис.1.41), аналітичні – до 0,0001 *г* і більше (рис. 1.42).



1 – стійка; 2 – стремена; 3 – коромисло;
 4 – чашка; 5 – стрілка; 6 – ручка аретира;
 7 – установочні гвинти; 8 – балансувальні
 гайки; 9 – градуйована шкала

Рисунок 1.41 – Технохімічні ваги



Рисунок 1.42 – Аналітичні ваги

Порядок зважування на технохімічних або аналітичних вагах

1. Розташовують коробку з важками праворуч від ваг, а зразок для зважування – ліворуч.
2. Перевіряють стан ваг: чистоту чашок, нульову точку.
3. Поміщають зразок на ліву чашку ваг у центрі.
4. На праву чашку по черзі поміщають важки починаючи з найкрупніших. Після встановлення кожної гирі відкривають аретир і слідкують за відхиленням стрілки. Якщо стрілка сильно відхиляється праворуч – маса важків недостатня, тому до них додають наступну за вагою гирю (обов'язково перед тим закрити аретир). Таким чином поступають доти, доки не врівноважать ваги.
5. Коли зважування закінчене, знайдену масу перевіряють за пустими гніздами в коробці важків.
6. При закритому аретирі знімають з чашок гирі (повертають їх у коробку) та зразок. Перевіряють чистоту чашок.

Вимірювання об'ємів рідин

Для вимірювання об'ємів рідин користуються скляним градуйованим посудом: мірними стаканами та циліндрами; мірними колбами; піпетками; бюретками; пікнометрами. Мірний посуд має на стінці градуйовану шкалу або риску, яка фіксує певний об'єм. Оскільки рідини під час зміни температури змінюють об'єм, градування будь-якого мірного посуду проводять при температурі 20⁰С. При цій же температурі повинні вимірюватись об'єми. У випадку значного відхилення температури від 20⁰С необхідно вводити поправку, яка враховує температурний коефіцієнт об'ємного розширення даної рідини.

Наприклад, об'ємне розширення етилового спирту C_2H_5OH (при $50^\circ C$), розраховане за формулою $V_T = V_0(1 + aT + bT^2 + cT^3)$ при $a \cdot 10^3 = 1,04$, $b \cdot 10^6 = 0,78$, $c \cdot 10^8 = 1,76$ м, дорівнюватиме:

$V_{50} = V_{20} (1 + a \cdot 50 + b \cdot 50^2 + c \cdot 50^3) = 58,39 (1 + 1,04 \cdot 10^3 \cdot 50 + 0,78 \cdot 10^6 \cdot 50^2 + 1,76 \cdot 10^8 \cdot 50^3) = 61,51 \text{ (см}^3\text{)}$, тобто збільшиться на $1,51 \text{ см}^3$ (на $5,4\%$). Це значення виходить за межі похибки вимірювань.

Існують циліндри та стакани для вимірювання наступних об'ємів: 10, 20, 25, 50, 75, 100, 200, 250, 500, 1000, 2000, 5000 см^3 та ін.

Для вимірювання певного об'єму рідини обирають мірний циліндр необхідного об'єму, встановлюють певну риску градуїрованої шкали і помічають її олівцем. Наливають рідину таким чином, що нижній меніск (у випадку прозорої рідини) і верхній меніск (у випадку забарвленої рідини) знаходився на рівні відмітки. Під час вимірювання мірний посуд повинен бути розташований суворо вертикально. Вимірювання проводять не менше трьох разів, а відхилення не повинно перевищувати одного ділення шкали.

Вимірювання густини рідин

У хімії частіше густину рідини виражають у грамах на мілілітр або у грамах на кубічний сантиметр. Зазвичай густину вимірюють при $20^\circ C$ та тиску у 1 атм . Температурні залежності густини рідин і водних розчинів солей, лугів та кислот наведені у довідниках. Наприклад: $\rho (H_2O) = 1,00000 \text{ г/см}^3$ при $T = 4^\circ C$; $\rho (H_2O) = 0,99823 \text{ г/см}^3$ при $T = 20^\circ C$; $\rho (40\% C_2H_5OH) = 0,9512 \text{ г/см}^3$ при $T = 20^\circ C$.

У ряді випадків необхідна так звана „відносна густина”, яка дорівнює відношенню густини даної речовини до густини іншої речовини за певних умов. Відносна густина залежить від температури, тому завжди вказують температуру, за якої визначено густину.

Для досягнення високої точності визначення густини, а також під час роботи з малими кількостями рідини, користуються пікнометрами (від гр. *pyknos* – щільний) (рис. 1.43). Для цього полий сухий пікнометр зважують на аналітичних вагах (m_1), додають за допомогою воронки або піпеткою рідину практично до риски, поміщають в термостат при $20^\circ C$ і піпеткою доводять до риски (за нижнім меніском). Зважують пікнометр з рідиною (m_2) та розраховують густину:

$$\rho = \frac{m}{V},$$

де $m = m_2 - m_1$ – маса рідини в пікнометрі, г;

V – об'єм рідини в пікнометрі, мл.



Рисунок 1.43 – Пiкнометр

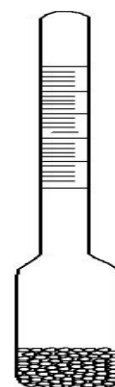


Рисунок 1.44 - Ареометр

Вiдносну густину рiдин визначають також за допомогою ареометрiв (вiд гр. *araĩos* – рiдкий) при достатнiй кiлькостi рiдини. Кожен ареометр розрахований на певний iнтервал густин (рис. 1.44). Чим менша вiдносна густина рiдини, тим глибше занурюється ареометр. Тому на його шкалi зверху нанесене найменше значення вiдносної густини, яке можна визначити даним ареометром, внизу – найбільше. Для визначення вiдносної густини ареометром рiдину наливають у скляний цилiндр, що має вiдповiдний розмiру ареометра об'єм. Вимiрюють температуру рiдини термометром.

У випадку, якщо ареометр повнiстю занурюється в рiдину, необхідно використовувати iнший ареометр з бiльшими значеннями густини. Ареометр не повинен торкатись стiнок цилiндра. Похибка визначення приблизно $0,001 \text{ г/см}^3$. Пiсля визначення ареометр обережно обмивають водою, висушують та помiщають у футляр. Вимiрювання проводять не менше трьох разiв i визначають середнiй результат вимiрювань.

Питання для пiдготовки до тесту

1. Пiд час роботи з небезпечними хiмiчними речовинами в хiмiчнiй лабораторiї необхідно:

- а) користуватись марлевою пов'язкою або респiратором;
- б) виконувати всi операцiї у витяжнiй шафi з включеною вентиляцiєю;
- в) звернутись за допомогою до лаборанта чи викладача;
- г) не використовувати вiдкрите полум'я.

2. При опiку хiмiчними речовинами необхідно:

- а) промити рану великою кiлькiстю води i накласти марлеву пов'язку;
- б) намазати рану олією i накласти марлеву пов'язку;
- в) промити рану розведеним розчином соди i накласти марлеву пов'язку;
- г) промити рану розведеним розчином оцтової кислоти.

3. Пiд час роботи з рiдким хiмiчним реактивом необхідно використовувати:

- а) порцеляновий шпатель;
- б) пiнцет;

- в) піпетку;
- г) скляний стакан.

4. Для точного зважування користуються:

- а) аналітичними вагами;
- б) торзійними вагами;
- в) електронними вагами;
- г) чашковими вагами.

5. Ваги для точного зважування відрізняються від ваг для грубого зважування тим, що:

- а) мають важки;
- б) зважують з точністю до 0,5%;
- в) мають аретир;
- г) мають електронну шкалу.

6. За якої температури зазвичай вимірюють об'єми рідин:

- а) 25⁰С;
- б) 20⁰С;
- в) 0⁰С;
- г) 100⁰С.

7. Відносну густину рідини визначають за допомогою:

- а) пікнометра;
- б) циліндра;
- в) термометра;
- г) ареометра.

8. Густина рідини вимірюється у:

- а) г/моль;
- б) моль/см³;
- в) г/см³;
- г) кг/кмоль.

Розділ II ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Лабораторна робота № 1

ВИЗНАЧЕННЯ *pH* РОЗЧИНУ З ВИКОРИСТАННЯМ СКЛЯНОГО ЕЛЕКТРОДА МЕТОДОМ ПРЯМОЇ ПОТЕНЦІОМЕТРІЇ

1.1 Мета роботи

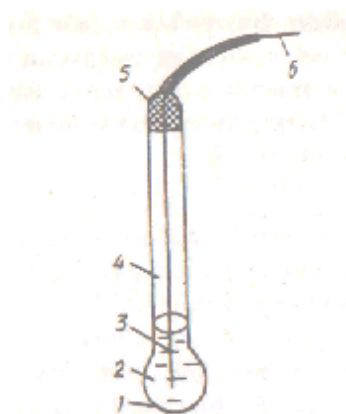
Визначити *pH* та концентрацію іонів H^+ у розчинах з використанням скляного електрода методом прямої потенціометрії. Ознайомитись з методиками роботи вимірювальних приладів – стаціонарного *pH*-метра марки *pH*-340 та *pH*-метра портативного марки SX 711.

1.2 Методичні вказівки

Потенціометричний метод аналізу заснований на залежності рівноважного електродного потенціалу (E) від активності (a) або концентрації (C) речовини в розчині.

У цьому методі для проведення вимірювань використовують гальванічний елемент, що включає два електрода. Електрод, потенціал якого залежить від концентрації іонів, що визначаються, називається *індикаторним*. Для виміру потенціалу індикаторного електрода використовують другий електрод – *електрод порівняння*, потенціал якого є стабільним та не залежить від складу розчину, що аналізується. Електроди підключають до pH -метра та вимірюють електрорушійну силу (EPC) гальванічного елемента.

Для визначення pH та концентрації іонів H^+ у рідких розчинах методом прямої потенціометрії використовують скляний електрод (у якості індикаторного) та хлоридсрібний електрод (електрод порівняння). Скляний електрод відноситься до мембранних електродів та в розчинах з pH від 2 до 9 селективний до іонів H^+ . Будова скляного електрода представлена на рис. 2.1.



- 1 – скляна куля; 2 – розчин хлоридної кислоти; 3 – контактний напівелемент;
4 – корпус електрода; 5 – струмовідвідний дріт

Рисунок 2.1 – Скляний електрод

Залежність концентрації іонів водню від електродного потенціалу скляного електрода описується рівнянням Нернста:

$$E_{ск.ел.} = const + (0,059/z) \cdot \lg C_{H^+},$$

де $const$ – стала для даного електрода;

z – заряд іона з урахуванням знаку (+1);

C_{H^+} – концентрація іонів H^+ у розчині.

Враховуючи, що pH та C_{H^+} пов'язані рівнянням

$$pH = -\lg C_{H^+}, \quad C_{H^+} = 10^{-pH},$$

тому

$$E_{ск.ел.} = const - (2,3RT/F) \cdot pH.$$

Враховуючи, що потенціал електрода порівняння (хлоридсрібного електрода) дорівнює нулю, E_{PC} (E) цього гальванічного елемента дорівнюватиме $E_{ск.ел.}$

У методі прямої потенціометрії визначення невідомої концентрації проводиться розрахунковим шляхом за рівнянням Нернста методом градувального графіка та методом добавок.

Для одержання лінійної залежності градувальний графік будується в координатах $E - \lg C_{H^+}$, тобто $E - pH$ (рис. 2.2).

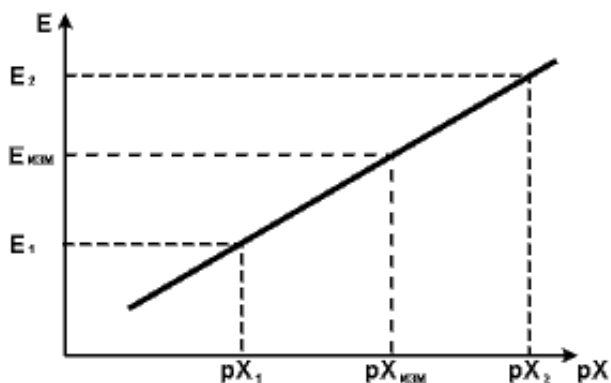


Рисунок 2.2 – Залежність E від pH буферних розчинів

В області малих та великих концентрацій спостерігається відхилення від лінійної залежності. Це відхилення визначає важливі характеристики індикаторного електрода (в даному випадку скляного): інтервал виконання функції (прямолінійний відрізок на графіку) та границю визначення мінімальної концентрації за допомогою даного електрода. Функцію скляного електрода називають водневою функцією та позначають буквою θ . Під час вимірюванні pH спочатку перевіряють водневу функцію θ скляного електрода. Протяжність водневої функції визначається інтервалом значень pH , в якому E_{PC} ланцюга «скляний електрод – буферний розчин – хлоридсрібний електрод» лінійно залежить від pH буферного розчину і тангенс кута нахилу цієї прямої дорівнює $\theta_{експ}$ (рис. 2.2).

Скляні електроди не завжди мають теоретичний кут нахилу $\theta=2,3RT/F$, лінійність спостерігається не в усьому інтервалі значень pH .

Якщо під час перевірки водневої функції скляного електрода виявляється, що $\theta_{експ}=\Delta E/\Delta pH$ набагато відрізняється від $\theta_{теор}$, то електрод витримують у $0,1M$ розчині хлоридної кислоти HCl кілька діб і знову будують градувальний графік (здійснюють калібрування електрода). Для нормального функціонування скляного електрода не можна допускати пересихання скляної кулі (мембрани) електрода. Між вимірюваннями скляні електроди зберігають у дистильованій воді. Робоча частина (скляна куля) дуже тендітна і грубий механічний вплив на неї не припустимий.

1.3 Обладнання та хімічні реактиви

- *pH*-метр марки *pH-340*;
- *pH*-метр портативний марки *SX 711*;
- скляний електрод марки *ЕСЛ-45-П* або *ЕСЛ-63-07*;
- хлоридсрібний електрод марки *ЕВЛ-1 М4* або *ЕВЛ-1 М3*;
- магнітна мішалка;
- папір фільтрувальний;
- склянки ємністю 100 см^3 , 150 см^3 ;
- стандартні буферні розчини з відомими значеннями *pH* (від 1,68 до 12);
- розчин *HCl*, 0,1 М.

1.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи необхідно ознайомитись з інструкціями по роботі з обома видами *pH*-метрів.

Під час роботи з вимірювачем *pH-340* підключити скляний та хлоридсрібний електроди до приладу, промити дистильованою водою та просушити фільтрувальним папером. У склянку ємністю 100 або 150 см^3 налити 50-70 см^3 буферного розчину з найменшим значенням *pH*, занурити в нього електроди та виміряти значення *ЕРС* (*E*) ланцюга за інструкцією до *pH*-метра. Вміст склянки вилити, промити електроди дистильованою водою, просушити та виміряти *ЕРС* ланцюга в інших буферних розчинах. Результати вимірювань записати в таблиці.

№ з/п	Значення <i>pH</i> буферного розчину	Значення <i>ЕРС</i> (<i>E</i>), мВ	Примітки

На основі отриманих даних побудувати градувальний графік у координатах *E* – *pH*, як показано на рис. 2.1. За графіком обчислити значення $\theta_{\text{експ}}$ та порівняти його з $\theta_{\text{теор}}$.

Для визначення *pH* невідомого досліджуваного розчину електроди промити дистильованою водою, просушити. В склянку налити 50 см^3 досліджуваного розчину і виміряти *ЕРС* ланцюга. Вимірювання однієї проби повторити 2-3 рази, беручи для цього нові порції досліджуваного розчину. Результати вимірювань записати в таблиці.

№ з/п	Значення <i>ЕРС</i> (<i>E</i>), мВ	Значення середнє <i>ЕРС</i> (<i>E</i>), мВ	Значення <i>pH_x</i>	Розрахована концентрація, C_{H^+} , моль/л	Примітки

Таку ж саму роботу провести за допомогою приладу *pH*-метр портативний марки *SX 711*, виконуючи усі вимоги інструкції.

1.5 Оформлення результатів роботи

У висновку порівняти результати вимірювань pH розчинів методом прямої потенціометрії за допомогою стаціонарного та портативного приладів. Акцентувати увагу на характеристиках приладів та зауважити точність вимірювань. Записати висновки.

Лабораторна робота № 2

ВИЗНАЧЕННЯ КОНЦЕНТРАЦІЇ КИСЛОТ HCl ТА CH_3COOH ПРИ ЇХ СУМІСНІЙ ПРИСУТНОСТІ МЕТОДОМ КИСЛОТНО-ОСНОВНОГО ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

2.1 Мета роботи

Визначити концентрацію сильної (HCl) та слабкої (CH_3COOH) кислоти в розчині при їх сумісній присутності методом непрямого потенціометричного титрування. Ознайомитися з технікою проведення кислотно-основного потенціометричного титрування.

2.2 Методичні вказівки

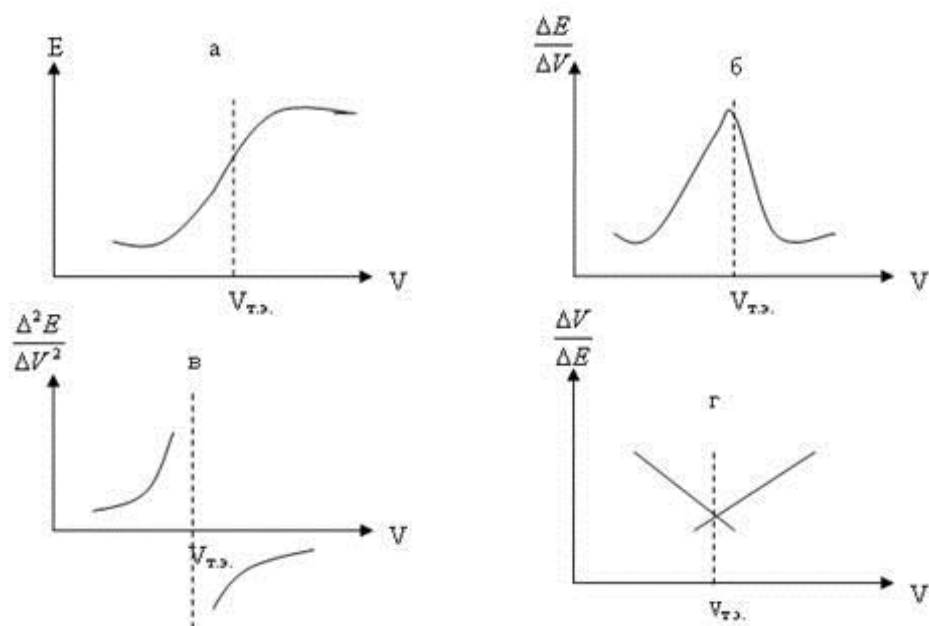
Непрямі потенціометричні визначення засновані на вимірюванні потенціалу в процесі титрування. Будь-яка хімічна реакція невідворотно призводить до зміни складу розчину: концентрація вихідних речовин зменшується, а концентрація продуктів реакції – збільшується. Якщо при цьому в розчині знаходиться пара відповідних електродів, то з їх допомогою можна фіксувати зміну потенціалу, яка обумовлена зміною концентрації речовини, вміст якої визначається. Таким чином, зміну потенціалу можна використовувати для визначення точки еквівалентності в титрометричному аналізі.

Для успішного проведення аналізу важливим є правильний вибір електродів. Його роблять залежно від складу розчину, що аналізується, та від хімічної реакції, що відбувається під час титрування. Для кислотно-основної взаємодії в якості індикаторного використовують скляний електрод. У даному випадку реакція завжди супроводжується зміною концентрації іонів гідрогену H^+ , до яких селективний скляний електрод.

Реакції окиснення-відновлення пов'язані з переносом електронів між реагуючими частинками. Відповідним індикаторним електродом є інертний платиновий електрод.

Електрод порівняння в будь-якому випадку потенціометричного титрування повинен мати постійний потенціал. В якості електрода порівняння найбільш часто використовують хлоридсрібний електрод.

Проведення визначень за допомогою метода потенціометричного титрування потребує побудови кривих титрування (рис.2.3). Інтегральні криві – логарифмічні, мають S-подібний вигляд та характеризуються наявністю стрибка титрування (рис.2.3а). Графіки будуються в координатах $E, мВ$ – $V_{титранта}, см^3$.



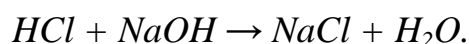
а – інтегральна; б – диференційна; в – диференційна по другій похідній;
г – крива Грана

Рисунок 2.3 – Вигляд кривих потенціометричного титрування

Для пошуку точки еквівалентності (об'єму титранта в кінцевій точці титрування $V_{m.e.}$) можна використовувати графічний метод трьох дотичних (рис.2.3а). Також для визначення $V_{m.e.}$ можна побудувати диференційну криву титрування (рис. 2.3б). У цьому випадку знаходять максимум на графічній залежності.

У випадку реакцій кислотно-основної взаємодії в якості вимірювальних приладів використовують pH -метри. Ці прилади здатні величину різниці потенціалів перетворювати на величину pH та відобразити її зміну в ході титрування.

Під час титрування сильної одноосновної кислоти, наприклад, хлоридної, розчином лугу відбувається реакція:



До точки еквівалентності в розчині присутня сильна кислота, тому $pH < 7$. У точці еквівалентності вся кислота нейтралізується і стає $pH = 7$. Подальше додавання лугу призводить до збільшення концентрації гідроксид-іонів, тому стає $pH > 7$. На кривій титрування спостерігається різкий стрибок, за яким знаходять об'єм титранта в кінцевій точці титрування та розраховують концентрацію і масу кислоти. Під час визначення у розчині суміші кислот на кривій титрування спостерігається декілька стрибків (рис.2.4).

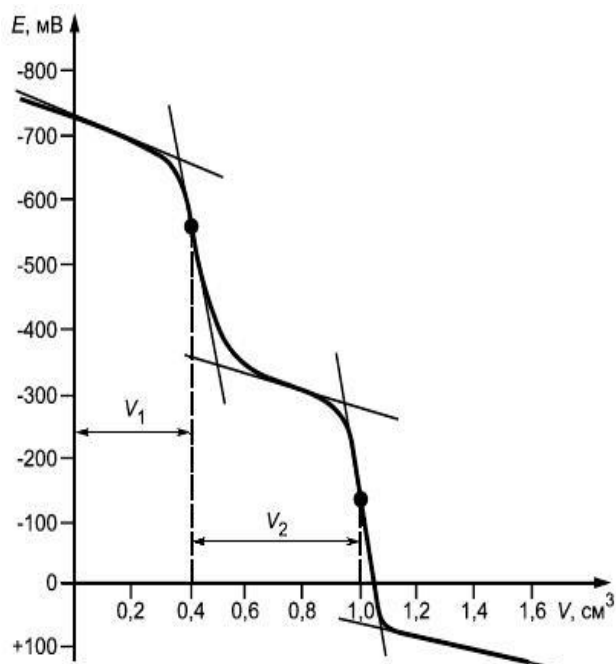
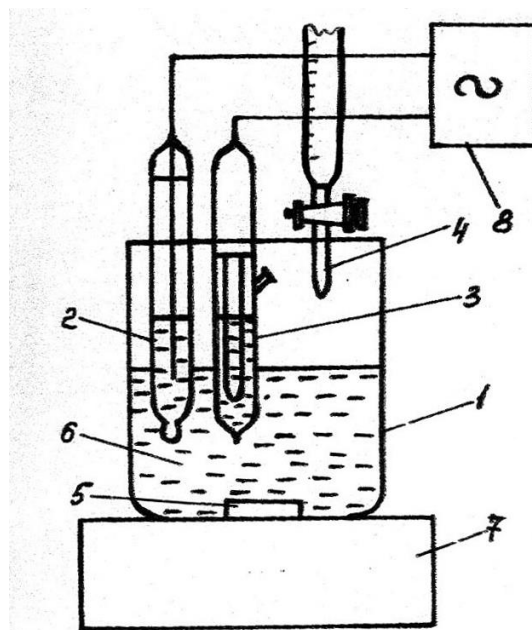


Рисунок 2.4 – Вигляд інтегральної кривої титрування суміші слабкої та сильної кислот



1-стакан з розчином; 2 – скляний електрод; 3 – хлоридсрібний електрод; 4 – мірна бюретка для додавання титранта; 5 – магнітна мішалка; 6 – досліджуваний розчин; 7 – столик; 8 – вимірювальний прилад (*pH*-метр)

Рисунок 2.5 – Установка для потенціометричного титрування

2.3 Обладнання та хімічні реактиви

- *pH*-метр марки *pH-340*;
- скляний електрод марки *ЕСЛ-45-П* або *ЕСЛ-63-07*;
- хлоридсрібний електрод марки *ЕВЛ-1 М4* або *ЕВЛ-1 М3*;
- магнітна мішалка;
- папір фільтрувальний;
- склянки ємністю 100 см^3 , 150 см^3 ;
- розчин *NaOH*, $0,1\text{ M}$;
- штатив;
- піпетка мірна ємністю 50 см^3 ;
- бюретка мірна ємністю 25 см^3 ;
- водний розчин суміші кислот.

2.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи ознайомитись з інструкціями по роботі з *pH*-метром.

Для потенціометричного титрування облаштувати установку зі штативу, *pH*-метра (до якого підключаються скляний та хлоридсрібний електроди), бюретки, склянки для титрування та магнітної мішалки (рис. 2.5).

Електроди промити дистильованою водою та просушити фільтрувальним папером. Робити це необхідно з обережністю, щоб не пошкодити мембрану скляного електрода.

Мірною піпеткою відміряти 50 см^3 розчину для аналізу та перенести в склянку для титрування. Склянку встановити на столик магнітної мішалки, поклавши у неї магніт. У розчин занурити скляний та хлоридсрібний електроди. Бюретку заповнити $0,2 \text{ н}$ розчином лугу NaOH . Увімкнувши магнітну мішалку виміряти потенціал (E) у досліджуваному розчині та розпочати титрування.

Спочатку здійснити приблизне (грубе) титрування. Почати додавати розчин лугу до склянки по 1 см^3 і після кожного додавання вимірювати потенціал. Результати вимірювань заносити в таблицю.

№ з/п	$V_{\text{NaOH}}, \text{ см}^3$	$E, \text{ мВ}$	$\Delta V_{\text{NaOH}}, \text{ см}^3$	$\Delta E, \text{ мВ}$	$\Delta E/\Delta V_{\text{NaOH}}$
1	0				
2	1				
3	2				
4	3				

Розчин лугу додавати доти, доки E почне різко змінюватись (відмітити стрибок потенціалу). Після цього додати ще $3-5 \text{ см}^3$ титранта, припинити титрування та вимкнути мішалку. За результатами грубого титрування побудувати інтегральну криву титрування в координатах $\Delta E - \Delta V_{\text{NaOH}}$ та за графіком визначити $V_{\text{m.e.}}$.

Для точного титрування в суху склянку за допомогою мірної піпетки відміряти 50 см^3 досліджуваного розчину, помістити в нього промиті дистильованою водою електроди і магніт та розташувати на столику магнітної мішалки. Включити мішалку, виміряти E та додати певну кількість титранта з бюретки таким чином, щоб наблизитись до точки еквівалентності. Потім додавати титрант, відміряючи його об'єм точно по $0,2 \text{ см}^3$ і після кожного додавання виміряти E , а результати вимірювань заносити до таблиці.

№ з/п	$V_{\text{NaOH}}, \text{ см}^3$	$E, \text{ мВ}$	$\Delta V_{\text{NaOH}}, \text{ см}^3$	$\Delta E, \text{ мВ}$	$\Delta E/\Delta V_{\text{NaOH}}$
1	0				
2					
3					
4					

За результатами точного титрування побудувати диференційну криву титрування в координатах $\Delta E/\Delta V_{\text{NaOH}} - V_{\text{NaOH}}$. За кривою знайти значення об'ємів: розчину лугу, витраченого на титрування HCl (перший стрибок), та CH_3COOH (другий стрибок).

Відповідно до закону еквівалентів знайти кількість речовини обох кислот:

$$\nu_{HCl} = \nu_{NaOH} = C_{NaOH} \cdot V_1; \nu_{CH_3COOH} = \nu_{NaOH} = C_{NaOH} \cdot V_2$$

та масу обох кислот:

$$m_{HCl} = \nu_{HCl} \cdot Me (HCl); m_{CH_3COOH} = \nu_{CH_3COOH} \cdot Me (CH_3COOH),$$

де Me – молярні маси еквівалентів відповідних кислот.

2.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота №3

ВИЗНАЧЕННЯ NO_3^- -ІОНА МЕТОДОМ ПРЯМОЇ ПОТЕНЦІОМЕТРІЇ

3.1 Мета роботи

Визначити концентрацію та масу нітрат-іона NO_3^- в розчині іонометричним методом.

3.2 Методичні вказівки

Іонометричне визначення NO_3^- -іонів ґрунтується на вимірюванні іономером електрорушійної сили (ЕРС) потенціометричної комірки, яка складається з нітратселективного електрода та електрода порівняння – хлоридсрібного електрода та занурена у досліджуване середовище. Схематично гальванічний ланцюг у цьому випадку має вигляд:

$Ag, AgCl | KCl_{насич} ||$ досліджуваній розчин $||$ нітрат селективний електрод

Нітратселективний електрод – це мембранний електрод, мембрана якого реагує на концентрацію іонів NO_3^- . Мембрана зроблена з полівінілхлоридної плівки, що містить електродноактивну речовину. Інші присутні в досліджуваному розчині іони практично не впливають на потенціал електрода.

3.3 Обладнання та хімічні реактиви

- іономер марки *EB-74*;
- індикаторний електрод нітратселективний марки *EM-NO₃-01*;
- електрод порівняння хлоридсрібний марки *EBЛ-1 М4* або *EBЛ-1 М3*;
- магнітна мішалка;
- папір фільтрувальний;
- склянки ємністю *100 та 150 см³*;
- стандартний розчин *NaNO₃ або KNO₃, 0,1 М*;
- фонового електроліту – розчин *Na₂SO₄ 0,5 або 0,1 М*;
- штатив;
- колби мірні ємністю *1000 та 50 см³*;
- піпетки мірні ємністю *5 та 10 см³*.

3.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи викладач визначає, який фоновий розчин використовується під час виконання аналізу. Ознайомитись з методикою роботи іономера марки *EB-74*.

Для виконання аналізу необхідно приготувати серію градувальних розчинів з концентрацією нітрат-іонів $0,01$; $0,001$; $0,0001$ та $0,00001$ моль/см³. Їх готують методом послідовного розведення, який дозволяє точно приготувати розчини з дуже малими концентраціями. Для цього використовують стандартний $0,1$ М розчин $NaNO_3$ або KNO_3 , який необхідно приготувати з фіксаналу в колбі ємністю 1000 см³. Далі відібрати 5 см³ цього розчину мірною піпеткою та помістити в мірну колбу ємністю 50 см³. Довести об'єм розчину в мірній колбі до риски фоновим розчином та ретельно перемішати. Таким чином, у колбі утворюється розчин з концентрацією NO_3^- -іонів $0,01$ моль/см³. Таким же чином провести подальше розведення отриманого розчину в колбах ємністю 50 см³ та одержати розчини з концентраціями $0,001$; $0,0001$ та $0,00001$ моль/см³.

Для вимірювання різниці потенціалів (електрорушійної сили) необхідно облаштувати лабораторну установку, що складається зі штативу, магнітної мішалки, іономера, до якого підключається потенціометрична комірка з двох електродів, та склянки для досліджуваних розчинів (як показано на рис.2.5, за виключенням бюретки).

Електроди промити дистильованою водою та просушити фільтрувальним папером. Вимірювання різниці потенціалів E (мВ) у градувальних розчинах провести послідовно, починаючи з розчинів з меншими концентраціями і закінчуючи розчином з найбільшою концентрацією. Після кожного вимірювання електроди необхідно промивати дистильованою водою та висушувати фільтрувальним папером.

У кожному випадку в суху склянку налити досліджуваний розчин, занурити в розчин електроди і включити магнітну мішалку та іономер. Розчин необхідно перемішувати мішалкою 1-2 хв (до стійкого значення E за шкалою іономера). Отримані значення E записати в таблицю.

№ розчину	1	2	3	4
$C(NO_3^-)$, моль/см ³				
pNO_3^-				
E , мВ				

Розрахувати значення pNO_3^- за формулою $pNO_3^- = - \lg C(NO_3^-)$.

За даними таблиці побудувати градувальник графік у координатах $E - pNO_3^-$. Графік матиме вигляд кривої.

Отримати досліджуваний розчин об'ємом 50 см³ або іншого об'єму, який помістити в мірну колбу, довести до риски 50 см³ обраним фоновим розчином та ретельно перемішати. Електроди промити дистильованою водою.

Досліджуваний розчин налити в склянку для вимірювання, перемішати та виміряти значення $E_{проби}$.

Використовуючи значення $E_{проби}$ та градувальний графік визначити величину pNO_3^- для досліджуваного розчину. Розрахувати молярну концентрацію нітрат-іонів $C(NO_3^-)$, моль/см³ а також масу нітратів $m(NO_3^-)$, мг за формулами:

$$C(NO_3^-) = 10^{-pNO_3^-};$$
$$m(NO_3^-) = C(NO_3^-) \cdot M(NO_3^-) \cdot V_{мірн.колби}$$

де $M(NO_3^-)$ – молярна маса NO_3^- , г/моль;

$V_{мірн.колби}$ – об'єм мірної колби, см³.

Використовуючи побудований графік залежності $E - pNO_3^-$, визначити характеристики нітрат-селективного електрода при вимірюваннях з обраним фоновим електролітом. За графіком знайти інтервал виконання електродної функції, а також нижню границю визначення $C_{min}(NO_3^-)$, моль/см³, яка знаходиться в точці перетину двох дотичних до отриманої кривої.

Знайти кутовий коефіцієнт нахилу графіку (крутизну електродної функції) Θ як відношення ΔE до ΔpNO_3^- за формулою:

$$\Theta = \Delta E / \Delta pNO_3^- \cdot SO_4^{2-}.$$

Розрахувати коефіцієнт селективності нітратселективного електрода по відношенню до сульфат-іонів:

$$k_{NO_3^-/SO_4^{2-}} = C_{min}(NO_3^-) / C(SO_4^{2-})^{1/2},$$

де $C(SO_4^{2-})$ – концентрація сульфат-іонів у фоновому електроліті.

3.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота №4

ВИЗНАЧЕННЯ ПИТОМОЇ ЕЛЕКТРОПРОВІДНОСТІ ВОДИ ПРЯМОЮ КОНДУКТОМЕТРІЄЮ

4.1 Мета роботи

Ознайомитись з методикою вимірювань питомої електропровідності методом прямої кондуктометрії. Визначити питому електропровідність природних вод за допомогою кондуктометричного приладу.

4.2 Методичні вказівки

Електропровідність розчину зумовлена наявністю в ньому іонів.

Електропровідністю називається здатність речовин (металів, рідин та ін.) проводити електричний струм під впливом зовнішнього джерела електричного поля. Електропровідність вимірюється в зворотних омах (Ом^{-1}) і складає $10^{-7} - 10^2 (\text{Ом}\cdot\text{см})^{-1}$ для розчинів електролітів та напівпровідників.

Електропровідність розчину – величина, зворотна його електричному опору:

$$W = 1/R,$$

де W – електропровідність розчину, Ом^{-1} ;

R – електричний опір розчину, Ом .

Опір розчину прямо пропорційний відстані між електродами і обернено пропорційний площі електродів, що занурені в розчин:

$$R = \rho \cdot \frac{l}{S},$$

де ρ – питомий опір, $\text{Ом}\cdot\text{см}$;

l – відстань між електродами, см ;

S – площа електродів, см^2 ;

R – електричний опір розчину, Ом .

У випадку, коли $l = 1 \text{ см}$, $S = 1 \text{ см}^2$, $\rho = R$. Таким чином, питомий опір дорівнює опору стовпа рідини довжиною 1 см і поперечним перерізом 1 см^2 , тобто опору 1 см^3 розчину.

Розрізняють питому і еквівалентну електропровідність.

Питома електропровідність (χ) є величина, обернена питому опору (ρ):

$$\chi = 1/\rho.$$

Таким чином, питома електропровідність відповідає електропровідності 1 см^3 розчину, в який занурено електроди площею 1 см^2 , що знаходяться на відстані 1 см один від одного.

Питома електропровідність природних та питних вод є приблизним показником концентрації неорганічних електролітів у воді. У стічних водах, які містять солі органічних кислот та основ, питома електропровідність – це показник концентрації неорганічних і органічних електролітів.

Питома електропровідність залежить від температури розчину та від його складу, тобто від концентрації або, точніше, від активності та величини заряду катіонів і аніонів. Вплив фізичних властивостей води, наприклад, її густини та в'язкості, на значення питомої електропровідності в більшості випадків незначний.

Під час аналізу води проби не консервують, а проводять визначення не пізніше, ніж через добу після відбору проби. Під час вимірювання електропровідності необхідно точно витримувати температуру 20°C . Тому заміри проводять у водяному термостаті або на водяній бані після досягнення зазначеної температури. Підвищення або зниження температури на 1°C

призводить до похибки $\pm 2\%$. Якщо визначення проводять при інших температурах, то необхідно враховувати відповідні поправки.

Для уникнення поляризації електродів їхню поверхню вкривають платиною черню. Поляризацію можна зменшити, якщо вимірювання проводити змінним струмом з частотою ≥ 1000 Гц і використовувати електроди з великою поверхнею.

Вимірювання електропровідності проводять у посудинах різної форми. Практично важко підготувати посудини для вимірювання електропровідності, в яких відстань між електродами становитиме 1 см, площа кожного електрода – 1 см², а в проходженні струму прийматиме участь тільки об'єм розчину, що знаходиться між електродами. Тому для кожної посудини попередньо визначають її константу.

Якщо в формулі $R = \rho \cdot \frac{l}{S}$ замість ρ підставити $\frac{1}{\chi}$, величину $\frac{l}{S}$ замінити на K , то $R = \frac{K}{\chi}$, звідки константа посудини дорівнюватиме $K = R \cdot \chi$.

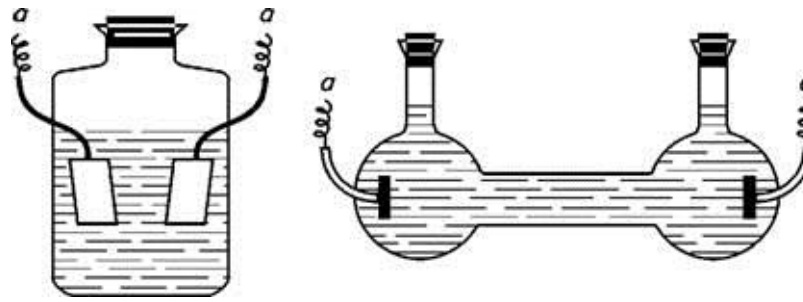
4.3 Обладнання та хімічні реактиви

- стандартний розчин KCl , $0,02$ н;
- розчин HCl , $0,1$ н;
- розчин CH_3COOH , $0,1$ н;
- розчин $NaCl$, $0,1$ н;
- розчин $NaOH$, $0,1$ н;
- суміш розчинів $HCl:CH_3COOH = 1:1$;
- суміш розчинів $NaOH:CH_3COOH = 1:1$;
- природна вода;
- дистильована вода;
- кондуктометрична комірка з графітовими електродами;
- водяна баня;
- прилад для вимірювання опору розчину.

4.4 Порядок виконання роботи

Проби води налити у дві посудини, розташувати їх на водяній бані або в термостаті і залишити до встановлення температури проб $20^\circ C$ (контролювати термометром з ціною шкали $0,1^\circ C$). Вимірювання можна проводити і при інших температурах, але в цьому випадку результати необхідно корегувати.

У першу посудині помістити електроди і обмити їх поверхню кількаразовим занурюванням. Вимиті таким чином електроди витягнути і, після того, як вода стече з них, занурити їх у другу посудину з досліджуваною водою, в якій безпосередньо проводити вимірювання. Опір розчинів виміряти за допомогою приладу, який наведено на рис. 2.6.



а)



б)

Рисунок 2.6 – Схема кондуктометричної комірки для вимірювання електропровідності води (а), сучасний кондуктометр (б).

4.5 Оформлення результатів роботи

Результати вимірювань записати в таблицю.

Номер проби, температура, °С	$R, \text{ Ом}$				R	$\chi, \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$	K при $t^{\circ}\text{C}$
	1	2	3	4			
1							
2							

Питому електропровідність χ обчислити за формулою:

$$\chi = \frac{Kf}{R},$$

де χ – питома електропровідність, $\text{Ом}^{-1}, \text{см}^{-1}$;

R – вимірюваний опір, Ом ;

K – константа посудини;

f – поправка на температуру.

Для визначення константи посудини (кондуктометричної комірки) використовують стандартний розчин KCl з концентрацією $0,02$ н, питома електропровідність якого при $25^{\circ}C$ дорівнює $\chi = 0,002768 \text{ Ом}^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$.

Посудину та електроди перед наступним вимірюванням промити дистильованою водою і розчином, електропровідність якого вимірюється.

4.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Питання для підготовки до тесту

1. До якого типу електродів відноситься скляний електрод:

- а) електродів порівняння;
- б) індикаторних електродів;
- в) мембранних електродів;
- г) металевих електродів.

2. До яких іонів селективний скляний електрод:

- а) іонів гідрогену;
- б) хлорид-іонів;
- в) гідроксильних іонів;
- г) нітрат-іонів.

3. Яке рівняння є основним для розрахунків у потенціометричному аналізі:

- а) рівняння Фарадея;
- б) рівняння Ільковича;
- в) рівняння Нернста;
- г) рівняння Бугера-Ламберта-Бера.

4. Оберіть параметри, які можуть виступати аналітичним сигналом в електрохімічних методах дослідження:

- а) інтенсивність випромінювання збуджених атомів;
- б) коефіцієнт розподілу між рухомою і нерухомою фазою в сумішах;
- в) сила струму;
- г) сила напруги;
- д) поглинання випромінювання;
- е) електрорушійна сила;
- ж) показник заломлення світла;
- з) електрична провідність;
- к) кількість електрики;
- л) кут обертання площини поляризованого світла.

5. Кондуктометричний метод аналізу заснований на:

- а) використанні залежності електрорушійної сили (ЕРС) електрохімічного ланцюга від концентрації досліджуваного іона;

- б) електролізі досліджуваного компонента за певних умов;
в) використанні залежності електричної провідності розчину електроліту від його концентрації.

6. Електричну провідність розчину електроліту розраховують за формулою:

- а) $R = \rho \cdot l/S$; $[R] = \text{Ом}$;
б) $\chi = 1/\rho$; $[\chi] = \text{см} \cdot \text{см}^{-1}$;
в) $L = 1/R$; $[L] = \text{см} = \text{Ом}^{-1}$.

7. Питому електричну провідність розчину електроліту розраховують за формулою:

- а) $R = \rho \cdot l/S$; $[R] = \text{Ом}$;
б) $\chi = 1/\rho$; $[\chi] = \text{см} \cdot \text{см}^{-1}$;
в) $L = 1/R$; $[L] = \text{см} = \text{Ом}^{-1}$.

8. Константу кондуктометричної комірки визначають за стандартними розчинами:

- а) солей з відомою питомою електричною провідністю за даної температури;
б) кислот з відомим значенням рН;
в) буферних розчинів з відомим значенням рН за даної температури.

9. Зазвичай у потенціометричних вимірюваннях електродом порівняння є:

- а) хлоридсрібний;
б) скляний;
в) нітратселективний;
г) каломельний;
д) водневий.

10. ЕРС електрохімічного ланцюга розраховують за рівнянням:

- а) $E = E_{\text{інд}} - E_{\text{пор}} + E_{\text{д}}$;
б) $E = E_{\text{д}} - E_{\text{інд}} + E_{\text{пор}}$;
в) $E = E_{\text{пор}} + E_{\text{інд}} - E_{\text{д}}$;
г) $E = E_{\text{пор}} - E_{\text{інд}} + E_{\text{д}}$;
д) $E = E_{\text{д}} + E_{\text{пор}} + E_{\text{д}}$.

Розділ III ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Лабораторна робота № 5

ФОТОКОЛОРИМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ ЗАБАРВЛЕНИХ РЕЧОВИНІВ ЗА ВЛАСНИМ ПОГЛИНАННЯМ

5.1 Мета роботи

Визначити концентрацію дихромат-іонів $\text{Cr}_2\text{O}_7^{2-}$ у досліджуваному розчині фотоколориметричним методом з використанням градуувального графіка. Ознайомитись з основними етапами проведення аналізу за допомогою мікроколориметра МКМФ-02.

5.2 Методичні вказівки

Фотоколориметричному аналізу підлягають тільки забарвлені розчини. *Фотоколориметрія* – це один з фотометричних методів дослідження, що заснований на вимірюванні інтенсивності світла (УФ або видимої області), яке пройшло крізь забарвлений розчин, фотоелектричним способом за допомогою спеціальних приладів.

Дихромат-іони у водних розчинах мають власне забарвлення. Їх розчини інтенсивно поглинають світло у видимій частині спектра, тому фотометричне визначення цих іонів не потребує попереднього проведення фотометричних реакцій. Для дихромат-іонів $Cr_2O_7^{2-}$ максимум поглинання відповідає довжині хвилі $\lambda \sim 430$ нм.

Кількісною мірою здатності поглинати світло є оптична густина (A), величина якої служить аналітичним сигналом у даному методі. Величина оптичної густини залежить від молярної концентрації забарвлених іонів у розчині (C) відповідно до закону Бугера-Ламберта-Бера:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c,$$

де ε – молярний коефіцієнт поглинання;

l – товщина шару забарвленого розчину, крізь який пропущено світло (довжина кювети).

Для визначення концентрації дихромат-іонів у водних розчинах фотометричним методом використовуються прямі та непрямі способи. У прямій фотометрії користуються методами градуувального графіка, стандартів та добавок.

Фотоколориметричне визначення оптичної густини проводять з використанням спеціальних приладів – фотоколориметрів. Монохроматорами в цих приладах частіше служать скляні світлофільтри, які дозволяють виділяти світловий потік меншого ступеня монохроматичності, ніж під час спектروفотометричних досліджень.

5.3 Обладнання та хімічні реактиви

- колби мірні ємністю 50 см^3 ;
- піпетки мірні ємністю 10 см^3 ;
- циліндри мірні ємністю $10 - 25 \text{ см}^3$;
- розчин $K_2Cr_2O_7$, $2 \cdot 10^{-3}$ моль/л;
- розчин сульфатної кислоти H_2SO_4 (1:1);
- мікроколориметр МКМФ-02 з набором світлофільтрів та кювет;
- дистильована вода.

5.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи ознайомитись з інструкцією щодо роботи з мікроколориметром МКМФ-02.

Визначення градуовальної залежності для $Cr_2O_7^{2-}$.

У п'ять мірних колб ємністю 50 см^3 внести $5,0$; $7,5$; 10 ; $15,0$; $20,0\text{ см}^3$ розчину дихромату калію, додати в кожен колбу по 5 см^3 сульфатної кислоти, довести об'єм до мітки дистильованою водою та перемішати. Виміряти оптичну густину розчину в кюветах з $l = 1\text{ см}$ при $\lambda = 430\text{ нм}$ відносно дистильованої води на приладі МКМФ-02. Дані вимірювань занести до таблиці.

№ з /п	$V(K_2Cr_2O_7^{2-}),$ $см^3$	$C(K_2Cr_2O_7^{2-}),$ $моль/л$	A_{430}	$\varepsilon_{430} = A/c \cdot l$
1	5,0	$1 \cdot 10^{-3}$		
2	7,5	$1,5 \cdot 10^{-3}$		
3	10,0	$2 \cdot 10^{-3}$		
4	12,5	$2,5 \cdot 10^{-3}$		
5	15,0	$3,0 \cdot 10^{-3}$		

За отриманими даними побудувати графік лінійної залежності в координатах «концентрація іонів $Cr_2O_7^{2-}$ (вісь абсцис) – оптична густина (вісь ординат)».

Визначення концентрації $Cr_2O_7^{2-}$ у невідомому розчині з використанням градуовального графіка.

Мірною піпеткою помістити в колбу 10 або 20 см^3 досліджуваної проби, додати сульфатну кислоту та довести об'єм до мітки дистильованою водою. Виміряти оптичну густину отриманого розчину таким же чином, як і в попередньому досліді. Взяти для вимірювання мінімум три проби. Розрахувати середнє значення оптичної густини. За графіком знайти молярну концентрацію. Враховуючи розведення, розрахувати реальну молярну концентрацію дихромат-іонів.

5.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота № 6

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ $Fe(III)$ У ВИГЛЯДІ ТІОЦІАНАТНОГО КОМПЛЕКСУ

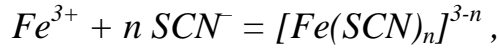
1.1 Мета роботи

Визначити концентрацію іонів Fe^{3+} та масу заліза в досліджуваному розчині фотоколориметричним методом з використанням градуовального графіка. Ознайомитись з основними етапами проведення аналізу за допомогою мікроколориметра МКМФ-02.

6.2 Методичні вказівки

Для фотометричного визначення заліза (III) використовують різні фотометричні реакції. В даній роботі аналіз заснований на отриманні забарвленого комплексу заліза (III) з тіоціанат-іонами SCN^- , інтенсивність забарвлення якого знаходиться у прямій залежності від концентрації іонів Fe^{3+} .

Залежно від концентрації тіоціанат-іона в розчині утворюється ряд комплексів червоного кольору:



де $n = 1-6$.

Під час виконання аналізу необхідно створювати в розчинах надлишок SCN^- іонів, тому що тіоціанатний комплекс заліза (III) є малостійким. Червоне забарвлення також не є достатньо стійким. Розчин швидко обезбарвлюється внаслідок відновлення Fe^{3+} до Fe^{2+} тіоціанат-іонами, тому необхідно аналізувати розчин одразу після приготування у присутності нітратної кислоти HNO_3 .

1.2 Обладнання та хімічні реактиви

- стандартний розчин солі $NH_4Fe(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$, що містить $0,1 \text{ мг/см}^3$ заліза (III);
- водний розчин тіоціанату амонію або калію (NH_4SCN або $KSCN$), 10%;
- водний розчин нітратної кислоти HNO_3 (1:1);
- колби мірні ємністю 50 см^3 ;
- піпетки мірні ємністю 5 см^3 ;
- циліндри мірні ємністю 10- 25 см^3 ;
- мікроколориметр МКМФ-02 з набором світлофільтрів та кювет;
- дистильована вода.

6.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи ознайомитись з інструкцією щодо роботи з мікроколориметром МКМФ-02, включити його та прогріти протягом 30 хв.

Приготування градуювальних розчинів.

Для приготування градуювальних розчинів у мірну колбу ємністю 50 см^3 мірною піпеткою відібрати 1 см^3 стандартного розчину солі заліза з $T(Fe^{3+}) = 0,1 \text{ мг/см}^3$. У цю ж колбу додати 1 см^3 розчину нітратної кислоти та 5 см^3 розчину тіоціанату амонію. Об'єм розчину в колбі довести до риски дистильованою водою та ретельно перемішати.

Аналогічним способом приготувати інші градуювальні розчини. Для їх приготування в мірні колби ємністю 50 см^3 відібрати відповідно 2,00; 3,00; 4,00; 5,00 см^3 стандартного розчину солі заліза (III). У кожену колбу додати 1 см^3 розчину нітратної кислоти та 5 см^3 розчину тіоціанату амонію.

Далі розрахувати титр кожного з отриманих градуювальних розчинів $T(Fe^{3+})$, мг/см^3 :

$$T(Fe^{3+}) = T_{\text{ст. розчину}} \cdot V_{\text{ст. розчину}} / V_{\text{мірн. колби}},$$

де $T_{\text{ст. розчину}}$ – титр вихідного стандартного розчину заліза (III), мг/см^3 ;

$V_{ст. розчину}$ – відібраний об'єм стандартного розчину заліза (III), $см^3$;
 $V_{мірн. колби}$ – об'єм мірної колби, $см^3$.

Приготування розчину порівняння.

В якості розчину порівняння використовують розчин, який містить усі компоненти, окрім солі заліза (III). Для його приготування в мірну колбу ємністю $50 см^3$ мірним циліндром відібрати $1 см^3$ нітратної кислоти та $5 см^3$ тіоціанату. Об'єм розчину в колбі довести до риски дистильованою водою та ретельно перемішати.

Вибір умов проведення аналізу.

Дві однакові кювети довжиною $0,5$ або $1,0 см$ з найбільш концентрованим градувальним розчином та розчином порівняння помістити в кюветний відсік приладу. За допомогою світлофільтрів, які є в комплекті приладу, виміряти оптичну густину розчину при різних довжинах хвиль, починаючи з $350 нм$ та закінчуючи $700 нм$.

Оптимальною довжиною хвилі світла λ_{max} є та довжина, за якої спостерігається максимальне світлопоглинання E_{max} . При цьому величина коефіцієнта поглинання буде найбільшою, тому можливі визначення при низьких концентраціях. Це, у свою чергу, важливо для виконання закону Бугера-Ламберта-Бера.

За результатами вимірювань побудувати графік залежності оптичної густини від довжини хвилі – спектр поглинання або криву поглинання (рис. 3.1). Обраний світлофільтр з оптимальною довжиною хвилі λ_{max} записати в лабораторний журнал та всі подальші вимірювання проводити саме з ним.

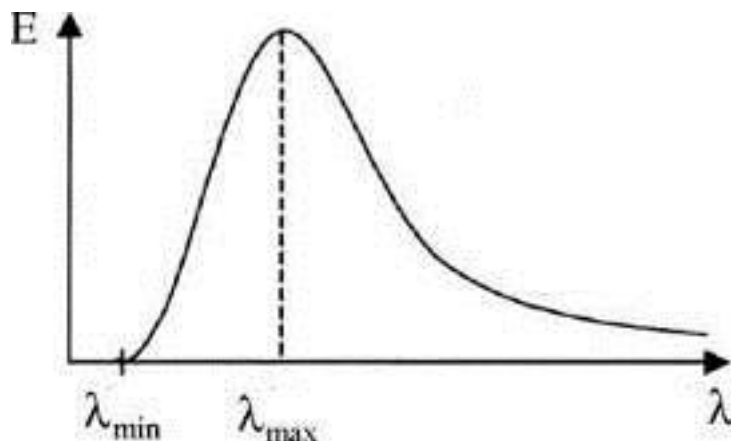


Рисунок 3.1 – Вибір оптимальної довжини хвилі світла λ_{max} для вимірювань

Вимірювання оптичної густини градувальних розчинів.

Використовуючи інструкцію до приладу або вказівки викладача, послідовно визначити величину оптичної густини (A) для кожного градувального розчину відносно розчину порівняння. При цьому розчин порівняння з кювети виливати не потрібно, один і той же розчин можна

використовувати для всіх вимірювань. Результати вимірювань записати в таблицю.

№ розчину	1	2	3	4	5
$T(Fe^{3+}),$ $мг/см^3$					
A					

За даними таблиці побудувати градувальний графік у координатах $A - T(Fe^{3+}), мг/см^3$.

Проведення аналізу.

Отримати досліджуваний розчин та помістити його в мірну колбу ємністю $50 см^3$. Додати $1 см^3$ розчину нітратної кислоти та $5 см^3$ розчину тіоціанату амонію. Довести об'єм розчину до риски дистильованою водою. Використовуючи фотоколориметр, виміряти оптичну густину досліджуваного розчину A_x . За градувальним графіком знайти значення $T_x(Fe^{3+}), мг/см^3$ та розрахувати масу заліза $m(Fe^{3+}), мг$:

$$m(Fe^{3+}) = T_x(Fe^{3+}) \cdot V_{\text{мірн. колби}}$$

де $V_{\text{мірн. колби}}$ – об'єм мірної колби, $см^3$.

6.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота №7

ТУРБІДИМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ СУЛЬФАТІВ

7.1 Мета роботи

Визначити концентрацію і масу сульфат-іонів SO_4^{2-} з використанням методу прямої турбідиметрії.

7.2 Методичні вказівки

В основі методів турбідиметрії та нефелометрії лежать оптичні явища, які виникають під час проходження світлового потоку через суспензію. Суспензія утворюється в результаті рівномірного розподілу зважених частинок нерозчинних речовин у будь-якому розчиннику. В даних методах аналізу досліджуваний компонент спочатку перетворюють на нерозчинну сполуку, а потім вимірюють інтенсивність світла, що розсіюється суспензією I_p (нефелометрія), або інтенсивність світла, що проходить крізь суспензію I_n (турбідиметрія) (рис. 3.2).

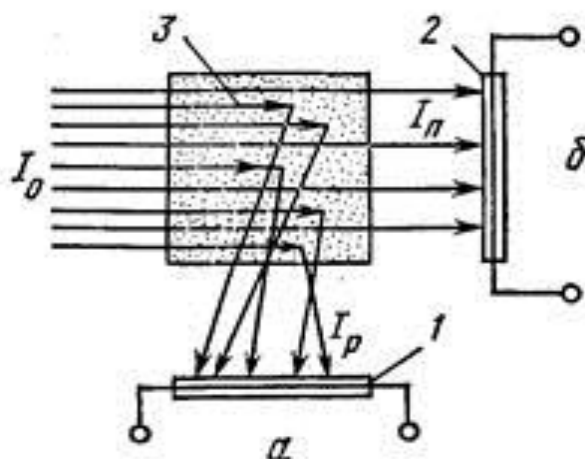


Рисунок 3.2 – Схема світлових потоків при нефелометричних а) та турбідиметричних б) вимірюваннях

За допомогою методів нефелометрії та турбідиметрії можна визначати малі концентрації аніонів (SO_4^{2-} , Cl^- , $C_2O_4^{2-}$, PO_4^{3-} , S^{2-}) і катіонів (Ag^+ , Ba^{2+} , Zn^{2+} , Mg^{2+} , Pb^{2+} , Ca^{2+} та ін.), які утворюють білі або безбарвні осад. Забарвлені нерозчинні речовини не аналізують цими методами, тому що можливе часткове поглинання світлового потоку.

У турбідиметрії аналітичним сигналом служить не сама інтенсивність світла, що пройшло крізь суспензію, а уявна оптична густина $A_{уяв}$:

$$A_{уяв} = \lg (I_0 / I_n).$$

Під час проведення вимірювань на тому ж самому приладі, з одним і тим же світлофільтром та при умовах, які забезпечують однакові розміри частинок, залежність уявної оптичної густини від концентрації має вигляд:

$$A_{уяв} = k \cdot l \cdot C,$$

де k – молярний коефіцієнт мутності;

l – товщина поглинаючого шару.

Для визначення невідомої концентрації в турбідиметрії та нефелометрії частіше використовують метод градуювального графіка, тобто прямопропорційну залежність $A_{уяв}$ від C .

Для одержання надійних результатів аналізу в турбідиметрії та нефелометрії важливим є приготування стійких суспензій з однаковим розміром частинок. При цьому частинки нерозчинної речовини обов'язково повинні знаходитись у зваженому стані, а не у вигляді осаду.

Суспензії з однаковим розміром частинок можуть бути одержані при дотриманні однакових умов їх приготування. Слід також забезпечувати однакові умови вимірювань.

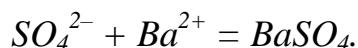
Для отримання надійних експериментальних результатів необхідно дотримуватись наступних правил:

1) змішування реагентів необхідно проводити в однаковій послідовності та з однаковою швидкістю;

- 2) концентрації всіх допоміжних реагентів повинні бути постійними;
- 3) температура повинна бути постійною;
- 4) для підвищення стійкості суспензій необхідно додавати стабілізатори (агар, желатин і т.і.);
- 5) час витримки суспензій від моменту змішування реагентів до моменту вимірювання повинен бути однаковим.

Для турбідиметричних вимірювань зазвичай використовують ті ж самі прилади, що і для фотометричного аналізу.

У роботі використовують суспензію малорозчинного сульфату барію ($DP = 1,1 \cdot 10^{-10}$), який утворюється за реакцією:



Для збільшення швидкості випадіння осаду сульфату барію та забезпечення стійкої в часі суспензії реакцію необхідно проводити у присутності стабілізатора (агару). Для визначення концентрації сульфат-іонів у лабораторній роботі використовується метод градуувального графіка.

7.3 Обладнання та хімічні реактиви

- стандартний розчин сульфатної кислоти H_2SO_4 , 0,0005 M;
- водний насичений розчин хлориду барію $BaCl_2$;
- водний розчин агару, 0,5%;
- колби мірні ємністю 100 см^3 ;
- піпетки мірні ємністю 5-20 см^3 ;
- циліндри мірні ємністю 10-25 см^3 ;
- мікроколориметр МКМФ-02 з набором світлофільтрів та кювет;
- дистильована вода.

7.4 Порядок виконання роботи

Перед початком роботи ознайомитись з інструкцією щодо роботи з мікроколориметром МКМФ-02, включити його та прогріти протягом 30 хв.

Для одержання надійних результатів під час виконання лабораторної роботи всі вимірювання необхідно проводити швидко.

Приготування розчину порівняння і суспензій стандартних розчинів сульфату барію та вимірювання уявних оптичних густин.

У шість мірних колб (100 см^3) за допомогою циліндрів налити по 2 см^3 насиченого розчину хлориду барію та по 20 см^3 дистильованої води. В кожну колбу додати по 3 см^3 розчину агару. В одну з колб додати дистильовану воду до риски та перемішати, отримуючи розчин порівняння. Розчином порівняння заповнити одну кювету довжиною 50 мм та помістити її у кюветний відсік фотоколориметра. Цей розчин використовувати для всіх вимірювань.

Інші п'ять колб використати для приготування суспензій. Суспензії слід готувати поступово. Отримавши одну суспензію, провести вимірювання, і тільки після цього можна готувати наступну. В першу колбу мірною піпеткою додати 5 см^3 стандартного розчину сульфатної кислоти. Об'єм у колбі довести

до rischi дистильованою водою та швидко перемішати. Витримати 3 хв, знову перемішати, заповнити суспензією кювету і виміряти уявну оптичну густину $A_{уяв}$ відносно розчину порівняння.

Подальші чотири суспензії приготувати почерговим додаванням мірними піпетками 7; 10; 15; 20 $см^3$ стандартного розчину сульфатної кислоти. Об'єми розчинів в усіх колбах довести до rischi дистильованою водою та ретельно перемішати. Отримані результати записати в таблицю.

№ суспензії	1	2	3	4	5
$C(SO_4^{2-})$, моль/л					
$A_{уяв}$					

Молярну концентрацію сульфат-іонів $C(SO_4^{2-})$, моль/л у кожній з мірних колб розрахувати за формулою:

$$C(SO_4^{2-}) = C_{ст. розч.} \cdot V_{ст. розч.} / V_{мірн. колби} ,$$

де $C_{ст. розч.}$ – концентрація стандартного розчину сульфатної кислоти, моль/л;

$V_{ст. розч.}$ – об'єм стандартного розчину сульфатної кислоти, що використовується для приготування суспензії, $см^3$;

$V_{мірн. колби}$ – об'єм мірної колби, $см^3$.

Використовуючи отримані результати, побудувати градуювальний графік у координатах $A_{уяв} - C(SO_4^{2-})$, моль/л.

Проведення аналізу.

У мірну колбу ємністю 100 $см^3$ додати 2 $см^3$ насиченого розчину хлориду барію, 20 $см^3$ дистильованої води та 3 $см^3$ розчину агару. Об'єм розчину довести до rischi дистильованою водою і перемішати. Суспензію витримати 3 хв, перемішати та виміряти $A_{уяв}$. За допомогою градуювального графіка знайти концентрацію сульфат-іонів у досліджуваному розчині $C_x(SO_4^{2-})$, моль/л та розрахувати масу сульфат-іонів $m(SO_4^{2-})$, мг:

$$m(SO_4^{2-}) = C_x(SO_4^{2-}) \cdot V_{мірн. колби} \cdot M(SO_4^{2-}),$$

де $M(SO_4^{2-})$ – молярна маса сульфат-іону, г/моль.

7.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота №8

РЕФРАКТОМЕТРИЧНИЙ АНАЛІЗ. ВИЗНАЧЕННЯ ПОКАЗНИКА ЗАЛОМЛЕННЯ РІДИН

8.1 Мета роботи

Ознайомитись з методикою рефрактометричних вимірювань. Визначити показник заломлення запропонованих речовин за допомогою рефрактометра лабораторного RL-3.

8.2 Загальні вказівки

Однією з важливих фізичних властивостей будь-якої речовини є рефракція, яку характеризує показник заломлення. *Рефракція* – це здатність речовини заломлювати промінь світла під час його проходженні крізь неї.

Заломлення світла речовиною та розповсюдження його в середовищі здійснюється у відповідності до законів хвильової оптики. Відповідно до законів заломлення світла, промінь, що падає, промінь, що заломлений та нормаль до границі поділу двох середовищ, яка проведена через точку падіння, лежать в одній площині (рис.3.3).

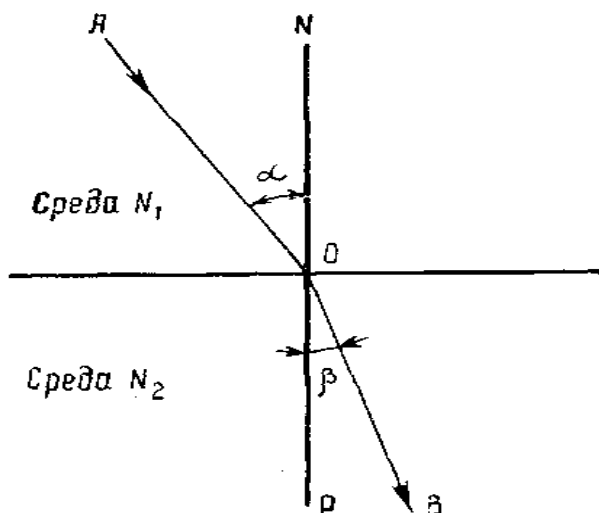


Рисунок 3.3 – Схема заломлення променя світла під час переходу з одного середовища (повітря) до іншого (рідина)

Заломлення світла обумовлено зміною швидкості променя світла під час переходу з одного середовища до іншого, які відрізняються густиною. Показник заломлення (n) – це величина, яку визначають як відношення синусів кута падіння до кута заломлення або як відношення швидкостей розповсюдження світла (v) в обох середовищах:

$$n = \sin \alpha / \sin \beta = v_1 / v_2.$$

Показник заломлення розчину залежить від природи речовини, розчинника, температури, концентрації розчиненої речовини, довжини хвилі світла. У відомих рефрактометрах за допомогою призми зі спектру видимого світла виділяється хвиля з довжиною, що відповідає жовтій лінії D ($\lambda = 589,2 \text{ нм}$) спектру випромінювання іону натрію.

Абсолютний показник заломлення (n) визначається як відношення швидкості розповсюдження світла у вакуумі (c) до швидкості світла в заломлюючому середовищі (v), або як відношення синусів кута падіння у вакуумі та кута заломлення в заломлюючому середовищі.

У лабораторній практиці частіше визначають не абсолютний, а відносний показник заломлення ($n_{\text{відн}}$) речовини, який є результатом порівняння швидкості розповсюдження світла в досліджуваній речовині зі швидкістю розповсюдження світла в повітрі. Оскільки величина абсолютного показника заломлення повітря при кімнатній температурі та атмосферному тиску дорівнює $1,00027$, то для одержання значень абсолютного показника заломлення речовини необхідно величину відносного показника заломлення даної речовини ($n_{\text{відн}}$) помножити на цей коефіцієнт:

$$n_{\text{абс}} = 1,00027 \cdot n_{\text{відн}}$$

Залежність показника заломлення від концентрації встановлюється дослідним шляхом для кожної індивідуальної речовини та виражається залежністю:

$$n = n_0 + F \cdot c; F = F_0 + K \cdot c,$$

де n – показник заломлення розчину;

n_0 – показник заломлення розчинника при тій же температурі;

c – концентрація речовини в розчині, %;

F – фактор показника заломлення, що дорівнює величині приросту показника заломлення при збільшенні концентрації на 1% (визначається експериментально для кожної речовини);

F_0 – початковий фактор показника заломлення, що дорівнює величині приросту показника заломлення при переході від показника заломлення води до 1% -го розчину даної речовини;

K – стала величина, яка характеризує зміну F -фактора від зміни концентрації.

Слід розрізняти фактори показників заломлення в залежності від способу вираження концентрації розчину.

Рефрактометричний метод має перед іншими методами кількісного аналізу ряд переваг: простота та швидкість виконання; достатня для практичних цілей точність; невеликі витрати речовин, що досліджуються. Найбільш точні результати кількісного аналізу рефрактометричним методом досягаються при концентрації досліджуваної речовини в межах $5\text{-}10\%$ (допустима нижня межа під час аналізу сумішей – 3%).

Для кількісного визначення речовин у сумішах рефрактометричним методом важливо, щоб виконувався принцип адитивності (сумації) показників

заломлення інгредієнтів, що входять до складу суміші. Ця умова зберігається в разі відсутності хімічної взаємодії між компонентами суміші.

В основі дії приладів для рефрактометричного аналізу – *рефрактометрів* (рис. 3.4), лежить метод, який полягає у вимірюванні максимального кута заломлення або кута повного внутрішнього віддзеркалення під час переходу променя світла із середовища з більшим показником заломлення до середовища з меншим показником заломлення ($n_1 > n_2$).

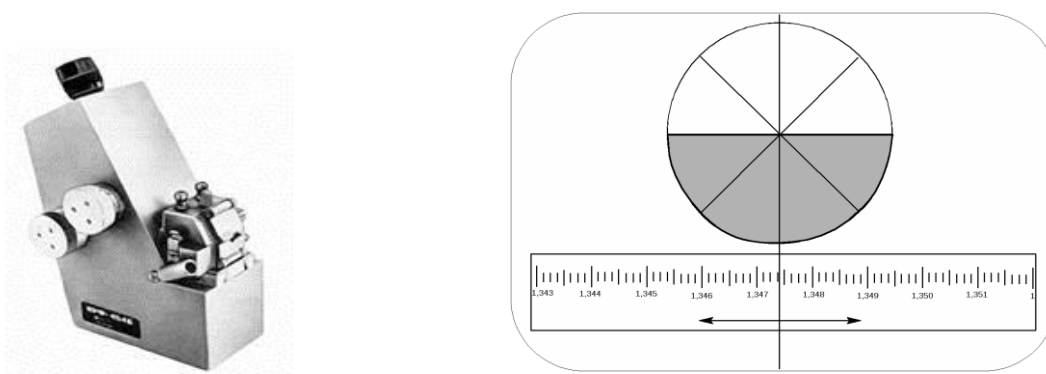


Рисунок 3.4 – Лабораторний рефрактометр RL-3

Досліджуваний зразок розчину поміщають на вимірювальну (рефрактометричну) призму приладу. Призма виготовлена з матеріалу з відомим показником заломлення та має кут заломлення, що дорівнює 60° . Рідкий зразок не стікає з призми, тому що вона розташовується горизонтально. Для проведення вимірювань температури зразка та призми повинні бути однаковими. Над вимірювальною призмою розташована покриваюча (освітлювальна) призма, що закріплена шарнірно. Вікно в покриваючій призмі призначено для освітлення прозорих розчинів, які досліджуються у проникаючому світлі. Рефрактометр дозволяє вимірювати показники заломлення напівпрозорих та темно фарбованих зразків. Для цього використовують віддзеркалене світло, яке одержують за допомогою дзеркала, що шарнірно закріплене на рамці рефрактометричної призми.

8.3 Обладнання та хімічні реактиви

- дистильована вода;
- порошки цукру та солі $NaCl$;
- водні розчини цукру, 5% та 6%;
- водні розчини солі $NaCl$, 3% та 4%;
- досліджувані розчини;
- мірні колби ємністю 50 або 25 $см^3$;
- рефрактометр лабораторний марки RL-3;
- піпетки;
- фільтрувальний папір.

8.4 Порядок виконання роботи

Підготовка рефрактометра до роботи.

Перевірка і встановлення нуля (юстування) рефрактометра проводиться за дистильованою водою. Для цього необхідно відкрити верхню кришку камери, встановити вимірювальну призму горизонтально, обережно протерти її спиртом і після повного його випаровування нанести декілька крапель дистильованої води. Закрити камеру. Вода повинна повністю заповнити проміжок між освітлювальною і вимірювальною призмами.

Установити освітлювальне дзеркало таким чином, щоб поле зору було повністю освітлене. Окуляр виставити на чітке зображення візирної лінії і шкали. Візирну лінію шкали встановити на позначку показника заломлення дистильованої води $n_D^{25} = 1,3333$. У зоровій трубці спостерігати межу світлотіні відносно точки перетинання двох візирних ліній. Межа повинна чітко проходити крізь цю точку перетинання. Тільки за виконання цієї вимоги можна визнати, що рефрактометр встановлено на нуль. Межу світлотіні підводять до точки перетинання за допомогою лівого маховика.

Якщо під час юстування за дистильованою водою на перетині двох візирних ліній отримано інше значення n_D^{25} води, то для усіх поточних вимірів показників заломлення здійснюється перерахунок. У випадку перевищення значення $n_D^{25} = 1,3333$ різницю треба відняти від виміряного значення, а при меншому значенні – різницю треба додати до результату. Під час роботи рефрактометра потрібно періодично перевіряти положення нульової точки.

Проведення аналізу.

Визначити показники заломлення розчинів цукру та солі різних концентрацій та розрахувати F -фактор для кожної речовини. Кожне вимірювання повторити тричі. Отримані дані занести в таблицю.

Розчин	Показник заломлення n	Середнє значення показника заломлення $n_{сер}$	F -фактор
Цукор, 5%	1) 2) 3)		
Цукор, 6%	1) 2) 3)		
Сіль, 3%	1) 2) 3)		
Сіль, 4%	1) 2) 3)		

У викладача або лаборанта отримати розчини цукру та солі з невідомими концентраціями, виміряти показники заломлення цих розчинів та розрахувати концентрації речовин за формулою:

$$C, \% = (n_{сер} - n_0) / F.$$

Кожне вимірювання повторити тричі. Отримані дані занести у таблицю.

Розчин	Показник заломлення n	Середнє значення показника заломлення $n_{сер}$	$C, \%$
Дистильована вода	1) 2) 3)		
Розчин цукру	1) 2) 3)		
Розчин солі	1) 2) 3)		

Для аналізу суміші двох речовинів (глюкози та солі) при їх сумісній присутності в розчині використати диференційну рефрактометрію. Для цього необхідно приготувати три розчини однакової 1%-ої концентрації: суміші цукру та солі, окремо цукру та окремо солі. Виміряти показники заломлення розчинів суміші (n) та кожного компонента (n_1 та n_2). Кожне вимірювання повторити тричі. Вміст компонентів розрахувати за формулами:

$$g_1 = (n - n_2) \cdot P / (n_1 - n_2);$$

$$g_2 = P - g_1,$$

де g_1 та g_2 – вміст першого та другого компонентів у суміші, g ;

P – маса суміші порошків.

Результати вимірювань та розрахунків занести в таблицю.

Розчин	Показник заломлення n	Середнє значення показника заломлення $n_{сер}$	Маса цукру та солі в суміші, g
Розчин суміші порошків, 1%	1) 2) 3)		
Розчин цукру, 1%	1) 2) 3)		
Розчин солі, 1%	1) 2) 3)		

На основі отриманих результатів сформулювати висновок про залежність показника заломлення від хімічних та фізичних властивостей речовин.

8.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Питання для підготовки до тесту

1. *Оберіть параметри, які можуть виступати аналітичним сигналом в оптичних методах дослідження:*

- а) інтенсивність випромінювання збуджених атомів;
- б) коефіцієнт розподілу між рухомою і нерухомою фазами в сумішах;
- в) сила струму;
- г) сила напруги;
- д) поглинання випромінювання;
- е) електрорушійна сила;
- ж) показник заломлення світла;
- з) електрична провідність;
- к) кількість електрики;
- л) кут обертання площини поляризованого світла.

2. *Установіть відповідність діапазону довжин хвиль електромагнітного випромінювання та їх назви, що використовують в оптичних методах аналізу:*

- а) видиме;
- б) УФ;
- в) ІЧ;
- 1) 380–760 нм;
- 2) 760–10000 нм;
- 3) 100–380 нм.

3. *Об'єднаний закон Бугера-Ламберта-Бера виражається формулою:*

- а) $I = I_0 \cdot 10^{-kcb}$;
- б) $k = \varepsilon \cdot c$;
- в) $I = I_0 \cdot 10^{-k^2b}$.

4. *Оптична густина – це величина, що розраховується за формулою:*

- а) $T = I/I_0$;
- б) $\lg I_0/I = A = D = kcb$;
- в) $A = 2 - \lg T$;
- г) $A = \varepsilon \cdot c \cdot b$;
- д) $k = \varepsilon \cdot c$.

5. *Величина молярного коефіцієнта поглинання залежить від:*

- а) природи розчиненої речовини;
- б) тиску;
- в) температури;

- г) довжини хвилі світла;
- д) кількості розчинених речовин;
- е) природи розчинника;
- г) рН розчину.

6. Фотокolorиметричні методи засновані на визначенні залежності:

- а) T від c ;
- б) I від I_0 ;
- в) T від A ;
- г) A від c .

7. Метод, що заснований на вимірюванні показника заломлення світла, називають:

- а) інтерферометрією;
- б) поляриметриєю;
- в) рефрактометриєю;
- г) нефелометрією;
- д) турбідиметрією.

8. Методи, в основі яких лежать оптичні явища, що виникають під час проходження світлового потоку крізь суспензію, називають:

- а) інтерферометрією;
- б) поляриметриєю;
- в) рефрактометриєю;
- г) нефелометрією;
- д) турбідиметрією.

9. Метод градувального графіка використовується, коли залежність концентрації досліджуваної речовини від величини аналітичного сигналу має:

- а) обернено пропорційний характер;
- б) експоненціальний характер;
- в) прямо пропорційний характер;
- г) логарифмічний характер.

10. У методах турбідиметрії та нефелометрії важливо досягти:

- а) стійкого забарвлення розчину;
- б) утворення стійкої суспензії;
- в) незмінних температури та тиску під час аналізу;
- г) стану хімічної рівноваги в досліджуваному розчині.

Розділ IV МЕТОДИ РОЗДІЛЕННЯ ТА КОНЦЕНТРУВАННЯ

Лабораторна робота № 9

ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ *KCl* З ВИКОРИСТАННЯМ ІОННОГО ОБМІНУ ТА ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

9.1 Мета роботи

Визначити масу калій хлориду з використанням методів іонного обміну та потенціометричного титрування.

9.2 Загальні вказівки

У практиці аналітичних досліджень часто доводиться мати справу з багатокомпонентними об'єктами. В цих випадках не обходяться без методів розділення та концентрування. Серед них найбільше значення мають методи екстракції, іонного обміну та хроматографії.

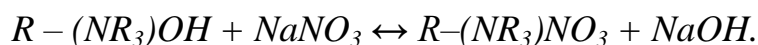
Іонний обмін – це зворотній стехіометричний процес, який відбувається на межі поділу фаз «іоніт – розчин». *Іоніти* – це високомолекулярні поліелектроліти різної будови та складу. Існує велика кількість різноманітних іонітів, які класифікуються за природою та знаком заряду іонів, що обмінюються. За природою розрізняють природні та синтетичні іоніти. Залежно від знаку заряду іонів, що обмінюються, розрізняють катіоніти (обмінюють катіони), аніоніти (обмінюють аніони) та амфоліти (обмінюють і катіони, і аніони).

Іоніти мають тривимірну ланцюгову структуру та складаються з полімерної матриці, в якій закріплені іоногенні групи. Катіоніти в якості іоногенних груп містять групи: $-SO_3H$; $-PO_3H_2$; $-COOH$; $-OH$. Аніоніти містять групи: $-NR_3^+$; $-NH_3^+$; $=NH_2^+$; $\equiv NH^+$.

Принцип дії іонітів заснований на реакціях іонного обміну. Наприклад, під час пропускання натрій нітрату $NaNO_3$ через колонку з катіонітом у водневій формі $R-SO_3H$ катіон солі Na^+ буде обмінюватись з іоном гідрогену H^+ . При цьому катіон натрію «затримується» у колонці, а іон гідрогену буде виходити з розчином. Таким чином, біля виходу з колонки буде збиратись розчин нітратної кислоти:



Якщо розчин натрій нітрату пропускати крізь аніоніт у гідроксидній формі $R-(NR_3)OH$, то нітрат-іон NO_3^- буде обмінюватись з іоном OH^- . При цьому в колонці «затримуються» аніони, а на виході з колонки буде збиратись розчин натрій гідроксиду:



В аналітичній хімії іонний обмін використовують для розділення та концентрування речовин, а також для визначення деяких іонів.

9.3 Обладнання та хімічні реактиви

- дистильована вода;
- водний розчин хлоридної кислоти HCl , 3 моль/л;
- стандартний водний розчин лугу $NaOH$ або KOH , 0,1 моль/л;
- колонка з катіонітом КУ-2;
- мірні колби ємністю 100 см^3 ;
- бюретка для титрування;
- піпетки мірні ємністю 10 см^3 ;
- стакан для титрування;
- скляна воронка;
- рН-метр зі скляним та хлоридсрібним електродами;
- магнітна мішалка;
- індикаторний папір;
- фільтрувальний папір.

9.4 Порядок виконання роботи

Підготовка катіоніту до роботи.

Катіоніт у вигляді гранул протягом доби витримати у воді для набухання. Засипати його в скляну колонку, яка повинна мати затискач для регулювання швидкості проходження рідини крізь шар катіоніту. Під час роботи з колонкою необхідно слідкувати, щоб до неї не потрапило повітря. Верхній шар катіоніту повинен бути вкритий водою на 1-3 см. Під час виконання роботи необхідно слідкувати, щоб швидкість проходження рідини крізь колонку становила приблизно 1 крапля/с.

Перед виконанням роботи необхідно перевести катіоніт у водневу форму. Для цього у верхню частину колонки через скляну воронку залити $\sim 100\text{ см}^3$ хлоридної кислоти з концентрацією 3 моль/л. Під колонку підставити стакан та пропускати розчин кислоти зі швидкістю 1 крапля/с. Потім для відмивання катіоніту від залишків кислоти пропустити крізь катіоніт $\sim 40\text{ см}^3$ дистильованої води. Воду необхідно заливати порціями по 5-10 см^3 . Повноту відмивання кислоти контролювати індикаторним папером, який при повному відмиванні не забарвлюється у червоний колір.

Проведення іонного обміну.

Отримати досліджуваній розчин калій хлориду у мірну колбу 100 см^3 та довести дистильованою водою об'єм розчину до риски. Перемішати. Мірною піпеткою відміряти аліквоту 10 см^3 отриманого розчину, перенести його в колонку з катіонітом, відкрити затискач колонки та зібрати 150 см^3 розчину в мірний стакан. При цьому відбувається утворення розчину хлоридної кислоти:



Після пропускання досліджуваного розчину у колонку долити $\sim 40\text{ см}^3$ дистильованої води, яку також додати до розчину в стакані. Затискач закрити та катіоніт залити дистильованою водою.

Титрування розчину хлоридної кислоти.

Титрування провести у відповідності до порядку виконання лабораторної роботи № 2 цього практикуму. За результатами побудувати криву потенціометричного титрування та визначити об'єм титранта, що необхідний для досягнення кінцевої точки титрування ($V_{к.т.т.}$). Використовуючи це значення, розрахувати масу калій хлориду

Спочатку, виходячи із закону еквівалентів, розрахувати концентрацію калій хлориду $C(NaCl)$, моль/л у досліджуваному розчині:

$$C(KCl) \cdot V_{аліквоти} = C(NaOH) \cdot V_{к.т.т.},$$

де $V_{аліквоти}$ – об'єм аліквотної частини досліджуваного розчину, $см^3$;

$C(NaOH)$ – концентрація стандартного розчину лугу, моль/л.

Розрахувати масу калій хлориду:

$$m(KCl) = C(KCl) \cdot V_{мірн.колби} \cdot M(KCl),$$

де $C(KCl)$ – молярна концентрація розчину калій хлориду, моль/л;

$V_{мірн.колби}$ – об'єм мірної колби, л;

$M(KCl)$ – молярна маса калій хлориду, г/моль.

9.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Лабораторна робота № 10

ЕКТРАКЦІЙНО-РЕФРАКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ НАФТОПРОДУКТІВ У ВОДІ

10.1 Мета роботи

Визначити концентрацію нафтопродуктів у досліджуваному водному розчині рефрактометричним методом з використанням екстракції гексаном.

10.2 Загальні вказівки

Екстракція в перекладі з латині означає «вивільнення», «витяжка». Цей прийом використовується для переводу досліджуваної речовини з великого об'єму розчинника в інший розчинник, об'єм якого є меншим. Частіше застосовується вивільнення речовини з водного розчину в органічний розчинник, який не змішується з водою. Таким чином досягається концентрування досліджуваної речовини. Використання спеціальних реагентів та розчинників дозволяє селективно вивільняти будь-яку одну речовину під час екстракції. В даному випадку екстракція використовується для розділення сумішей речовин або видалення домішок, які заважають аналізу.

Нафтопродукти належать до поширених токсичних речовин, що забруднюють поверхневі води. Нафта і нафтопродукти – це складні суміші низько- і високомолекулярних органічних сполук: аліфатичних та ароматичних вуглеводнів; ненасичених гетероциклічних сполук; смол; асфальтенів тощо. Поняття «нафтопродукти» умовно обмежують вуглеводневою фракцією, яка становить 70-90% від суми всіх речовин, що є у нафті і продуктах її переробки. Вуглеводні, що містяться у нафтопродуктах, неполярні або малополярні речовини, і тому можуть бути екстраговані з води гексаном або петролейним ефіром. Інші складові частини сирової нафти (нафтенові кислоти, феноли тощо) не екстрагуються цими розчинниками, визначаються окремо і не включаються в поняття «вміст нафтопродуктів».

Екстракційно-рефрактометричний метод визначення масел і нафтопродуктів у воді ґрунтується на екстракції цих речовин із водного розчину гексаном і вимірюванні показника заломлення гексанової витяжки. Очевидно, що показник заломлення гексанової витяжки більший за показник заломлення чистого гексану ($n_D^{20} = 1,3754$). Особливо підвищується він у присутності ароматичних вуглеводнів (на 5-20 %).

10.3 Обладнання та хімічні реактиви

- дистильована вода;
- гексан (х.ч.);
- мастило для приготування стандартних розчинів;
- пробірки ємністю 25-50 см³;
- циліндр ємністю 10 см³;
- рефрактометр лабораторний марки RL-3;
- піпетки;
- фільтрувальний папір.

10.4 Порядок виконання роботи

Підготовка рефрактометра до роботи.

Виконати відповідно порядку, що викладений у лабораторній роботі №8.

Вимірювання показника заломлення.

Відкрити камеру, встановити горизонтально вимірювальну призму, протерти її спиртом, витримати до повного його випаровування і нанести декілька крапель досліджуваного розчину. Закрити камеру. Лівим маховиком обернути камеру доти, доки межа світлотіні не встановиться на точці перетину візирних ліній. Правим маховиком ліквідувати забарвленість. За шкалою відрахувати показник заломлення. Зробити перерахунок (з урахуванням юстування приладу).

Приготування і екстракція стандартних розчинів.

У 5 пробірок ємністю 50 см³ налити по 25 см³ дистильованої води. До кожної пробірки додати певну кількість нафтопродукту (мастила): 5, 10, 20, 30, 40 крапель. Розрахувати масу нафтопродуктів у кожній пробірці (масу однієї

краплі визначають за допомогою ваг). Пробірки закрити пробками і збовтати протягом 10 хв. Далі провести екстракцію нафтопродуктів з водного розчину гексаном. Для цього до кожної пробірки додати по 5 см^3 гексану і знову збовтати 5 хв. Під час збовтування потрібно обережно поводитись з пробіркою, притримувати її натисканням, щоб уникнути довільного викиду пробки парами органічних речовин, тиск яких під час збовтування зростає. Для зменшення цього тиску впродовж збовтування час від часу пробірку потрібно відкривати.

Після збовтування (екстракції) пробірки залишити на 30 хв у стані спокою з метою досягнення повного розшарування рідин. Протягом цього часу пробірки повинні бути щільно закритими, щоб уникнути випаровування гексану. Після цього обережно піпеткою з верхнього органічного шару відібрати пробу, помістити її у рефрактометр та виміряти показник заломлення. Результати занести до таблиці.

№ пробірки	Кількість крапель нафтопродуктів	Маса однієї краплі, мг	Загальна маса нафтопродуктів у пробірці, m_H , мг	n_D^{20}	C , мг/см ³

За отриманими даними побудувати градувальний графік у координатах $n_D^{20} - m_H$ (мг), який має вигляд прямої.

Проведення аналізу.

У пробірку ємністю 50 см^3 налити 25 см^3 досліджуваного розчину, додати 5 см^3 гексану і збовтати 5 хв. Витримати 30 хв у стані спокою (пробірка повинна бути щільно закритою). Піпеткою відібрати декілька крапель гексанового розчину та виміряти показник заломлення n_x . Вміст нафтопродуктів m_x , мг визначити за допомогою градувального графіка. Концентрацію нафтопродуктів розрахувати за формулою:

$$C_x, \text{ мг/см}^3 = m_x \cdot 1000 / V,$$

де m_x – маса нафтопродуктів у досліджуваній воді, мг;

V – об'єм досліджуваної проби, см^3 .

10.5 Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Питання для підготовки до тесту

1. *Визначити з перелічених методів методи розділення та концентрування:*

- а) зважування;
- б) іонний обмін;
- в) декантація;
- г) фільтрування;
- д) екстракція;
- е) титрування.

2. *Іоніти, на поверхні яких обмінюються катіони і аніони, називаються:*

- а) катіоніти;
- б) аніоніти;
- в) амфоліти.

3. *Залежність показника заломлення розчину від концентрації розчиненої речовини має вигляд;*

- а) прямо пропорційної прямої;
- б) обернено пропорційної прямої;
- в) експоненціальної кривої;
- г) логарифмічної кривої.

4. *У методах екстракції з водних розчинів у якості екстрагентів використовуються:*

- а) концентровані розчини;
- б) органічні розчинники;
- в) сильні кислоти або основи;
- г) вода.

5. *Методи розділення та концентрування використовуються для аналізу:*

- а) дисперсних систем;
- б) забарвлених розчинів;
- в) багатокомпонентних сумішей;
- г) високомолекулярних сполук.

Список рекомендованої літератури

1. Ковганко В.Н. Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум: Учеб.-метод. пособие / В.Н. Ковганко. – Минск: БГТУ, 2010. – 85с.
2. Методичні вказівки до виконання лабораторних робіт з дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу» / Уклад. Нат Т.П., Мураєва О.О., Панайотова Т.Д., Безцінний О.О. – Х.: ХНАМГ, 2009. – 88с.
3. Мінаєва В.О. Методи концентрування неорганічних речовин: Навч.-метод. посібник / В.О. Мінаєва. – Черкаси: Вид-во від. ЧНУ ім. Б. Хмельницького, 2014. – 313с.
4. Комиссаренков А.А., Пругло Г.Ф., Федоров В.А. Потенциометрия: учебно-методическое пособие. – СПб: ГТУРБ, 2013. – 64с.
5. Циганок Л.П., Бубель Т.О., Вишнікін А.Б., Вашкевич О.Ю. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: Навчальний посібник. – Дніпропетровськ: ДНУ ім. О. Гончара, 2014. – 252с.

Навчальне видання

ДАНЧЕНКО Юлія Михайлівна
ОБІЖЕНКО Тетяна Миколаївна
АНДРОНОВ Володимир Анатолійович
САЄНКО Наталія Вячеславівна

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ. ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ

Навчально-методичний посібник

Роботу до видання рекомендував Ю.В. Журавльов

За редакцією авторів

План 2017 р., поз

Підп. до друку

Надруковано на ризографі.

Тираж 100 прим.

Формат 60*84 1/16.

Обл.-вид. арк. № 3,2

Умов. друк. арк. 3,0

Зам. №

Папір друк. №2

Безкоштовно.

ХНУБА, Україна, 61002, Харків, вул. Сумська, 40

Підготовлено та надруковано РВВ Харківського національного
університета будівництва та архітектури