

**Міністерство освіти і науки України
Сумський державний університет**

**ЖУРНАЛ ДЛЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ
з курсу «Корозія і захист матеріалів»**

Студент

Група

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1

Визначення заліза (III) в питній воді

Мета роботи - оволодіти прийомами фотометричного визначення заліза (III) в питній воді.

1.2 Теоретичні відомості

Визначення заліза (III) в питній воді базується на утворенні інтенсивно забарвленого розчину при взаємодії заліза (III) із сульфосаліциловою кислотою, інтенсивність забарвлення якого пропорційна вмісту заліза (III) у розчині.

Метод аналізу ґрунтується на вибіркового поглинанні світла речовиною, яка аналізується, і на існуванні пропорційної залежності між світло поглинанням і концентрацією речовини, яка поглинає світло, що виражається законом Бугера-Ламберта-Бера.

Для вимірювання інтенсивності світла, яке проникло через забарвлену рідину, використовують фотоелектроколориметри (ФЕК-М, ФЕК-56, КФК-2МП).

Колориметр фотоелектричний концентраційний ФКФ-2ПМ вимірює у діапазоні хвиль 315-980 нм коефіцієнти пропускання і оптичну густину розчинів та прозорих твердих тіл.

Колориметр дозволяє проводити вимірювання коефіцієнтів пропускання розсіювальних суспензій, емульсій, колоїдних розчинів, а також активності розчинів.

Принцип дії колориметра ґрунтується на черговому вимірюванні світлового потоку, який проникає крізь розчинник чи контрольний розчин, та потоку, який проникає через дослідний розчин.

Підготовка приладу КФК-2МП до роботи

Увімкнути тумблер «СЕТЬ», при цьому повинна засвітитися сигнальна лампа (на цифровому табло з'являються різні символи).

Натиснути кнопку «ПУСК» - на цифровому табло з'явиться миготлива кома і засвітиться індикатор «Р». Держати колориметр в увімкнутому стані протягом 15 хв при відчиненій кришці кюветного відділення.

Перед вимірюванням «нульового відліку» p_0 кришку кюветного відділення відкрити. Через 5 с натиснути клавішу «Щ(О)» на цифровому табло, справа від миготливої коми з'явиться значення p_0 , а зліва – символ «О». Значення p_0 повинно бути не менше 0,001 і не більше 1,000.

Порядок роботи. Перед кожним видом вимірювань провести перевірку «нульового відліку» згідно з підготовкою приладу до роботи.

1.2.1 Вимірювання коефіцієнта пропускання

У кюветний відділ встановлюють кювету з контрольним розчином, відносно якого проводиться вимірювання (дистильована вода). Вона встановлюється у дальнє гніздо кюветотримача. У ближнє гніздо кюветотримача встановлюють кювету із дослідним розчином. Ручкою 6 встановлюють необхідний світлофільтр, ручкою 3 – необхідний фотоприймач.

Ручку 4 встановити в положення «1». Закрити кришку кюветного відділення, натиснути клавішу На цифровому табло зліва від миготливої коми засвітиться символ «1».

Потім ручку 4 встановити у положення «2» (у світловий струм води вводиться кювета з дослідним розчином).

Натиснути клавішу (2). На цифровому табло зліва від миготливої коми з'явиться символ «2», який показує, що відбувається вимірювання коефіцієнта пропускання дослідного розчину.

Вимірювання проводять 2-3 рази.

1.2.2 Вимірювання оптичної густини у режимі одиничних вимірювань

У кюветне відділення встановити кювети із контрольним дослідним розчином. Ручкою 6 встановити необхідний світлофільтр, ручкою – необхідний фотоприймач.

Ручку 4 встановити в положення «1», закрити кришку кюветного відділення та натиснути клавішу «К(1)». На цифровому табло зліва від миготливої коми з'явиться символ «5», який показує, що відбулося вимірювання оптичної густини. Відлік на цифровому табло справа від миготливої коми відповідає оптичній густині дослідного розчину. Вимірювання проводять 2-3 рази.

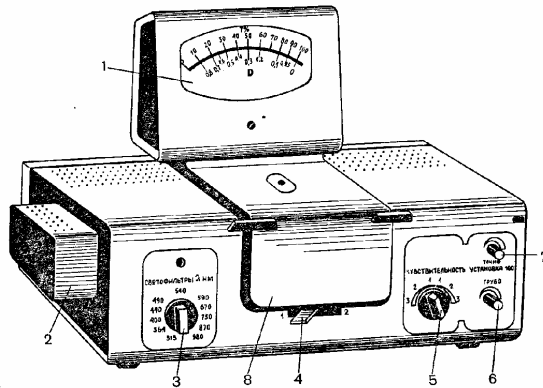


Рисунок 2 - Фотоелектроколориметр КФК-2.

1-мікроамперметр, 2-лампа накаливання, 3-рукоятка для введення світлофільтрів, 4-перемикач кювет, 5-перемикач фотоприймача, 6-ручка «установка 100 грубо», 7-ручка «установка 100 точно», 8-кришка кюветного відділення

1.3 Обладнання, матеріали та реактиви

Сульфосаліцилова кислота, 10% розчин; залізо-амонійний галун (стандартний розчин містить 0,1 мг заліза (III) в 1 мл); сірчана кислота, 0,5 М розчин; аміак, 10% розчин; аналітичні терези; КФК-2М, мірні колби місткістю 50 см³; піпетки.

1.4 Експериментальна частина

1.4.1 Будова градуувального графіка

Послідовно у 6 мірних колб вливають 0, 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного розчину залізоамонійного галуна (стандартний розчин готують у мірній колбі місткістю 1000 см³: розчиняють 0,8636 г галуна у дистильованій воді, підкислюють сірчаною кислотою до рН 2, об'єм розчину доводять дистильованою водою до позначки). Додають у кожену колбу по 3 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 см³ сірчаної кислоти і доводять до позначки дистильованою водою, перемішують. Одержують серію розчинів червоно-фіолетового кольору, які містять 0; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 мг заліза (III) у 50 см³ розчину.

Оптичну густину вимірюють, як це описано вище, при 540 нм. Вимірювання проводять 3 рази. Дані заносять до таблиці 3. За отриманими даними будують градуувальний графік у координатах: оптична густина – вміст заліза (III), мг/см³.

Таблиця 3

Вміст Fe ³⁺ , мг/50 см ³				
Оптична густина D				

Хід визначення. В мірну колбу місткістю 50 см³ вливають 25 см³ дослідної води (видається викладачем), додають 3 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 см³ сірчаної кислоти і

об'єм доводять до позначки дистильованою водою, перемішують. Вимірюють оптичну густину (як зазначено вище) не менше 3 разів, кожний раз наливають новий розчин у кювету. Розраховують середню величину густини і визначають вміст заліза (III) за градувальним графіком у 50 см³ розчину, що відповідає 25 см³ дослідної води. Для цього відміряють величину D на осі ординат і проводять до неї перпендикуляр до перетину прямої, опускають перпендикуляр на вісь абсцис і визначають концентрацію.

Вміст заліза (III) в 1 дм³ дослідної води, мг/дм³, розраховують за рівнянням

$$Q = \frac{g \cdot 1000}{25}, \quad (5)$$

де g – вміст заліза (III) в 25 см³ дослідної води за градувальним графіком.

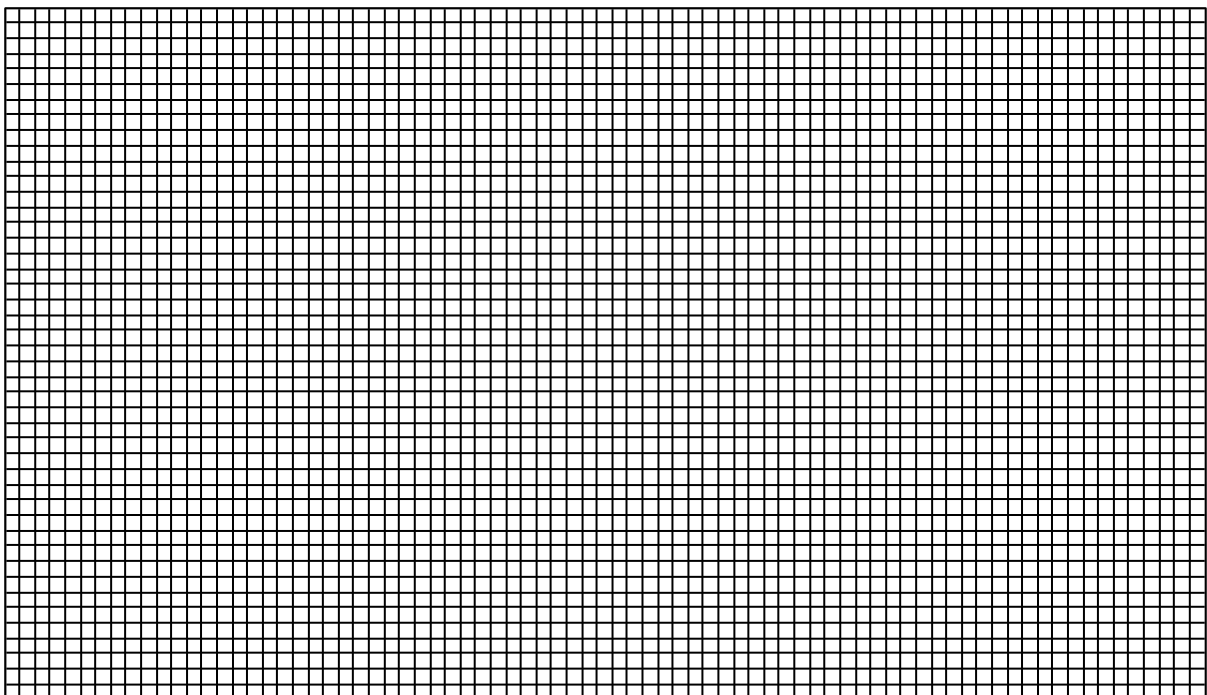
1.4.2 Побудова градувального графіка і визначення концентрації речовини на приладі

За градувальним графіком визначають коефіцієнти «с», «b». Для цього натиснути клавіші «с» («b»), СБР – на цифровому табло зліва від миготливої коми з'явиться символ «с» («b»). На цифровому табло справа від миготливої коми з'явиться набране значення коефіцієнта. Потім натиснути клавішу УТВ – інформація на цифровому табло зникає.

Провести операції із визначення оптичної густини дослідного розчину, як це описано вище.

Натиснути клавішу «С»(4). На табло зліва від миготливої коми з'явиться символ «4», який показує, що відбулося вимірювання концентрації дослідного розчину. На цифровому табло буде значення концентрації дослідного розчину. Вимірювання проводять 2-3 рази. Концентрацію визначають як середнє арифметичне значення одержаних результатів.

Звіт виконаної роботи



ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

Визначення загальної твердості води

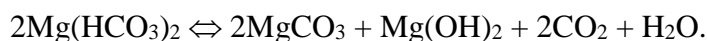
2.1. Мета роботи

Мета роботи: - визначити загальну твердість в запропонованих зразках природної та водопровідної води.

2.2 Теоретичні відомості

Твердість води – один з найважливіших показників її якості. Твердість природних вод обумовлюється наявністю в них солей кальцію і магнію. Вона виражається в мілімолях в літрі іонів Ca^{2+} та Mg^{2+} . Розрізняють три види твердості: тимчасову, постійну і загальну.

Тимчасова (карбонатна) твердість (T_K) обумовлюється головним чином наявністю в воді бікарбонатів кальцію і магнію $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ та $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$, які під час кип'ятіння випадають у вигляді щільного осаду (нальоту):



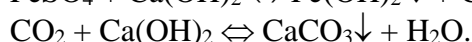
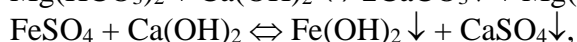
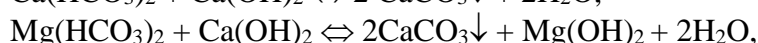
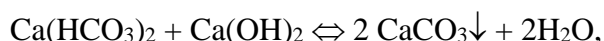
Постійна (некарбонатна) твердість (T_H) обумовлюється вмістом у воді хлоридів, сульфатів, нітратів кальцію і магнію, що лишаються під час кип'ятіння в розчиненому стані.

Сума тимчасової і постійної твердості називається загальною твердістю.

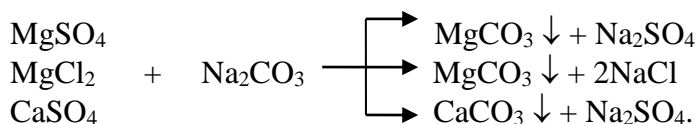
За загальною твердістю, в ммоль/л, Ю природні води поділяють на м'яку ($T_0 < 2$), середню ($T_0 = 2-10$), тверду ($T_0 > 10$).

Пом'якшенням води називається її очищення від солей кальцію і магнію, що створюють твердість води. Одним із найбільш ефективних способів пом'якшення води є вапняно-содовий. У його основі лежать такі реакції:

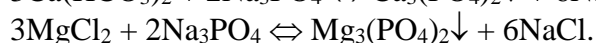
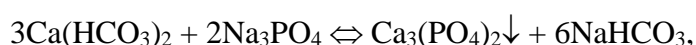
1 Обробка гашеним вапном для усунення тимчасової твердості, видалення іонів заліза і зв'язування CO_2 :



2 Обробка кальцинованою содою для усунення постійної твердості.



3 Обробка тринатрійфосфатом для більш повного осадження катіонів Ca^{2+} та Mg^{2+} :



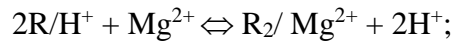
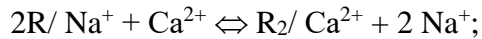
У даний час для пом'якшення, знесолення і знекремнення води застосовують метод іонного обміну. Його суть полягає в тому, що тверде тіло – іоніт – поглинає з розчину електроліту позитивні і негативні іони в обмін на еквівалентну кількість інших однойменно

заряджених іонів. У відповідності до знака заряду іонів, що обмінюються розрізняють катіоніти та аніоніти.

Катіоніти – нерозчинні у воді речовини, що являють собою солі або кислоти з аніоном, що обумовлює нерозчинність у воді; катіон (натрій або водень) здатний вступати в обмінну реакцію з катіонами розчину. Катіоніти відповідно називаються Na – катіонітами та H – катіонітами.

Аніоніти – основи чи солі з твердим, нерозчинним катіоном. Вони містять рухому гідроксильну групу (OH⁻ - аніоніти).

В основі катіонного процесу пом'якшення лежить реакція обміну іонів Na⁺ на H⁺ катіонів - на іони Ca²⁺ та Mg²⁺:



де R – комплекс матриці та функціональної групи без іонного обміну.

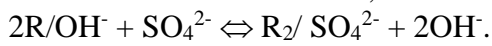
Важливою характеристикою іонітів є обмінна ємкість, що показує здатність іоніта поглинати певну кількість іонів за даних умов. Обмінна ємкість визначає тривалість робочого циклу іонітових фільтрів. При досягненні заданої границі обмінної ємкості проводять процес регенерації.

Катіоніти регенерують з розчином NaCl або 1 - 1,5% розчином сірчаної кислоти:



де (n-2) – надлишок NaCl або H₂SO₄ відносно їх стехіометричної кількості.

Під час фільтрування води через шар аніоніта проходить сорбція аніонів за такими рівняннями реакцій:



Регенерація аніонітових фільтрів проводиться, як правило, 4%-ним розчином NaOH:



На рис.2 подана схема установки для пом'якшення води з послідовним використанням H-катіонування та OH-аніонування. При проходженні води крізь катіоніт вона звільняється від іонів Ca²⁺, Mg²⁺ та Na⁺ в H-катіоновому фільтрі (1), а потім в аніоновому фільтрі (2) з неї видаляються аніони. Далі вода проходить крізь дегазатор (3), де вона вивільняється від кисню і діоксиду вуглецю, і далі крізь збірник (4) до споживача. Для регенерації в фільтр (1) подається розчин сірчаної кислоти, а в фільтр (2) – гідроксид натрію.

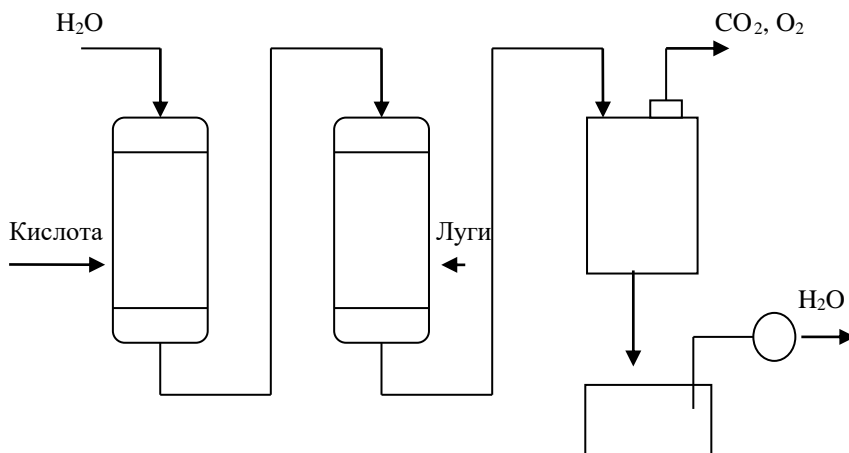


Рисунок 3 - Технологічна схема установки для пом'якшення води

2.3 Обладнання, матеріали та реактиви

Водопровідна вода для дослідження; розчин ЕДТА з встановленою концентрацією (0,05М); аміачний буферний розчин (рН 8...10); індикатор – іріохром чорний Т (крист.); бюретка; мірний циліндр об'ємом 100 см³ для вимірювання води; мірний циліндр об'ємом 10 мл для вимірювання буферної суміші; колби для титрування (3 шт. на 250 см³), воронки (для бюретонок і для фільтрування води); паперові фільтри; дозатор для піпеток або гумова група; електроплитка.

2.4 Експериментальна частина

Бюретку наповнити розчином ЕДТА і з встановленою концентрацією.

Визначити загальну твердість (ЗТ) води. Для цього піпеткою перенести в колбу для титрування 25 см³ водопровідної води, додати 5 мл аміачної буферної суміші (мірний циліндр на 10 мл) та 5-7 крапель індикатора еріохрому чорного Т. Вміст колби титрувати розчином ЕДТА з встановленою концентрацією до переходу з кольору з червоного вина в синій. В кінці титрування розчин ЕДТА повільно додають по одній краплі, щоб червоний відтінок розчину повністю зник. Титрування повторюють до отримання трьох результатів, що збігаються, розраховують середній об'єм ЕДТА (V ЗТ).

Визначити постійну твердість води (ПТ). Для цього 100 см³ водопровідної води кип'ятити протягом 10 хв., відфільтрувати утворений осад, до 25 мл фільтрату додати 5 см³ аміачної буферної суміші, 5-7 крапель індикатора і титрувати робочим розчином ЕДТА Б так само, як і при визначенні загальної твердості. За результатами трьох титрувань, що збігаються, знайти середній об'єм ЕДТА (V ПТ).

Результати титрувань занести до таблиці 4.

Таблиця 4

Номер титрування	V(H ₂ O), см ³	C(ЕДТА), моль/л	V(ЕДТА/ЗТ), см ³	V(ЕДТА/ПТ), см ³
1	25			
2	25			
3	25			

$$ЗТ = \frac{2C(ЕДТА) \cdot V(ЕДТА/ЗТ) \cdot 1000}{V(H_2O)}, \quad (7)$$

$$ПТ = \frac{2C(ЕДТА) \cdot V(ЕДТА/ПТ) \cdot 1000}{V(H_2O)}, \quad (8)$$

$$ТТ = ЗТ - ПТ, \quad (9)$$

де ЗТ – загальна твердість води, ммоль/л;

C(ЕДТА) – молярна концентрація ЕДТА, моль/л;

V(ЕДТА) – об'єм титранту, що використаний на титрування, см³.

V(H₂O) – об'єм води, взятої для аналізу;

ТТ – тимчасова твердість.

Множники 2 і 1000 введені у формулу для розрахунку загальної твердості води з метою отримання кінцевого результату в вигляді сумарного числа ммоль еквівалентів іонів Ca²⁺ та Mg²⁺ (множник 2) в 1 л води (множник 1000).

Оформити протокол лабораторної роботи. Записати рівняння реакцій, що проходять при титруванні, пояснити механізм дії індикатора та роль аміачної буферної суміші.

У висновку навести числові результати для ЗТ, ПТ, ТТ і оцінити якість водопровідної води згідно з ДЕСТ.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

Визначення молярної рефракції рідини та концентрації розчиненої речовини за показником заломлення

1.1. Мета роботи

Мета роботи - оволодіти прийомами визначення концентрації розчиненої речовини за показником заломлення.

1.2 Теоретичні відомості

Електричне поле, в якому перебуває речовина впливає певним чином на молекули, атоми, електрони. Під впливом зовнішнього електричного поля відбувається орієнтація полярних молекул відповідно до напрямку поля (орієнтаційна поляризація), зміщення атомів у молекулі (атомна поляризація) і зміщення електронів відносно ядер атомів (електронна поляризація). У речовині, через яку проходять електромагнітні коливання, збуджується змінне електричне поле, що також сприяє поляризації. Видиме світло, що являє собою електромагнітні коливання, веде до поляризації, при цьому відбувається лише електронна поляризація. Величина електронної поляризації у різних речовинах не однакова і пов'язана з різною швидкістю світла в різних речовинах, має різні показники заломлення.

Для видимого світла електронна поляризація 1 моля речовини дорівнює молярній рефракції (R_M):

$$R_M = \frac{n^2 - 1M}{n^2 + 2\rho}, \quad (1)$$

де n – показник заломлення світла; ρ – густина речовини, г/см^3 ; M – молярна маса, г/моль .

Молярна рефракція, віднесена до одного грама речовини, є питомою рефракцією.

Для органічних сполук молярну рефракцію з достатньою точністю можна вважати адитивною величиною, тобто молярна рефракція дорівнює сумі атомних рефракцій усіх атомів, типів зв'язку (крім ординарних) та циклів, які входять до складу молекули:

$$R_M = \sum R_A + \sum R_{зв} + \sum R_{циклів}. \quad (2)$$

На основі експериментального дослідження молярної рефракції і довідкових даних про атомні рефракції можна встановити будову молекули.

Щоб визначити рефракцію речовини, вимірюють її показник заломлення за допомогою рефрактометра типу Аббе (чи Пульфриха) і густину за допомогою пікнометра.

Визначення показника заломлення ґрунтується на вимірюванні крайового кута заломлення між рідиною і склом.

Найчастіше використовують рефрактометри типу Аббе, дія яких ґрунтується на визначенні кута повного внутрішнього відбиття. Вимірюють показник заломлення від 1,3 до 1,7.

Принцип роботи рефрактометра типу Аббе (ИРФ-22, ИРФ-454 «Карат»).

Промінь світла відбивається від дзеркала і подається на грань нижньої призми, заломлюється і падає на матову поверхню цієї самої призми, де розсіюється. Тому на краплю рідини потрапляють промені різних напрямків і заломлюються. Граничний промінь, кут падіння якого приблизно 90° , падає у вимірювальну трубу і на шкалі рефрактометра визначають показник заломлення.

Показник заломлення не залежить від природи речовини, залежить від температури, довжини хвилі падаючого світла та концентрації окремої речовини у розчині.

Вимірюють для жовтої лінії (D) n_D ($\lambda = 5893$ нм); червоної (C) n_C ($\lambda = 6563$ нм); блакитної n_F ($\lambda = 4861$ нм).

1.3 Обладнання та реактиви

Рефрактометр типу Аббе; пікнометр; аналітичні терези; термостат; піпетки; колби; органічні розчинники (бензол, толуол, ксилол); хлорид натрію; цукор; стандартний розчин гліцерину.

1.4 Експериментальна частина

1.4.1 Визначення будови органічної речовини

Для визначення будови органічної речовини порівнюють молярну рефракцію, розраховану і виміряну експериментально, користуючись формулою Лорентц-Лоренца.

Для перевірки рефрактометра спочатку вимірюють показник заломлення дистильованої води. Показання шкали повинно бути 1,333 (при 20°C). Коли величина показника заломлення інша, то розраховують відповідну поправку, яку вносять при подальших вимірюваннях показника заломлення.

Для цього відкривають верхню камеру (призму), промивають дистильованою водою і витирають насухо скляні поверхні обох призм. Далі скляною паличкою наносять на поверхню вимірювальної призми одну-дві краплі дистильованої води. Верхню камеру повільно закривають дзеркалом, спрямовують світловий струм на віконце нижньої призми і наводять окуляр на різкість так, щоб чітко було видно шкалу рефрактометра і візирну лінію на межі чорного і світлого поля.

Після перевірки шкали ретельно протирають обидві призми фільтрувальним папером і наносять краплю досліджуваної речовини, яка видається викладачем (бензол, толуол, ксилол). Вимірювання проводять так, як описано вище.

Густину рідини вимірюють за допомогою пікнометра. Густина рідини обчислюють за формулою

$$\rho = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \rho_{\text{H}_2\text{O}}, \quad (3)$$

де m_1 , m_2 , m_3 – відповідно маса порожнього пікнометра, пікнометра з водою і досліджуваною рідиною; $\rho_{\text{H}_2\text{O}}$ – густина води.

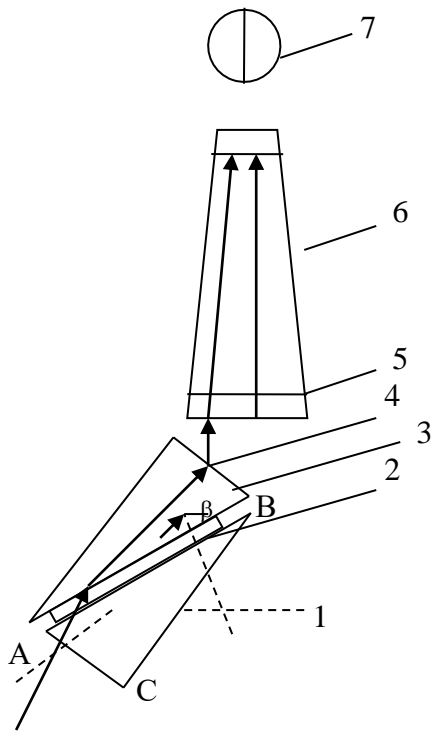


Рисунок 1 - Принципова схема рефрактометра типу Аббе:

1 – освітлювальна призма; 2 – шар рідини; 3 – вимірювальна призма; 4 – граничний промінь; 5 – призма Амічі; 6 – вимірювальна труба; 7 – видиме поле

Знайдені значення n і ρ підставляють у формулу Лорентц-Лоренца і знаходять R_M . За таблицями (довідник хіміка) визначають, якому органічному розчиннику відповідає знайдений показник заломлення i , користуючись правилами адитивності, знаходять розрахункову R_M . Порівнюють і роблять висновки.

1.4.2. Визначення концентрації розчиненої речовини за показником заломлення

1 Показник заломлення розчину залежить від концентрації розчиненої речовини. Цю залежність використовують для визначення концентрації різних речовин (вміст спирту у воді, солі у воді, цукру у воді та інші) методом градувального графіка. Перевірку рефрактометра до роботи проводять так, як описано в п.І.

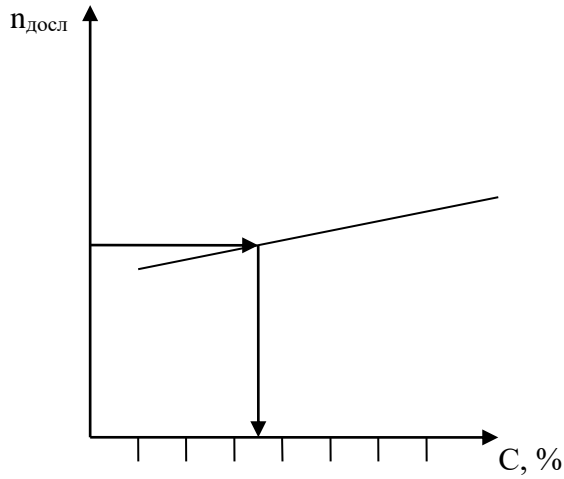
Попередньо готують 5-6 еталонних розчинів досліджуваної речовини з точно визначеною концентрацією. Для досліджень використовують хлорид натрію або цукор. Вимірювання проводять у межах 1 – 5%.

Показник заломлення у стандартних розчинів вимірюють на рефрактометрі і заносять до таблиці 1.

Таблиця 1 – Еталонний розчин

Концентрація розчину, %	
Показник заломлення	

Потім будують графік залежності показника заломлення від концентрації розчиненої речовини. За цим графіком, вимірявши показник заломлення досліджуваного розчину ($n_{\text{досл}}$), визначають його концентрацію



2 *Визначення концентрації гліцерину у водному розчині методом добавок.* Перевірку рефрактометра проводять так само, як описано у п.1. Потім вимірюють показник заломлення досліджуваного розчину (видається викладачем). 5 см³ досліджуваного розчину наливають у пробірку і додають 1 см³ стандартного розчину гліцерину. Вимірюють показник заломлення. Цю операцію виконують додаючи 2,3,4,5 см³ стандартного розчину. Кожен раз вимірюють показник заломлення і заносять до таблиці 2.

Концентрацію гліцерину знаходять за формулою

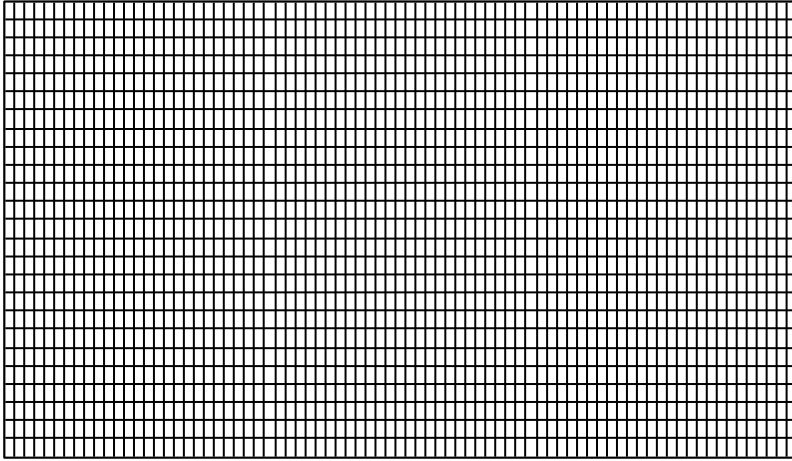
$$C_x = n_x \cdot C_{\text{доб}} / \Delta n, \quad (4)$$

де n_x – показник заломлення досліджуваної речовини; Δn – різниця між показниками заломлення досліджуваної речовини з добавкою стандартного загального об'єму; C_x – концентрація досліджуваного розчину.

Таблиця 2 - Результати вимірювань

Об'єм досліджуваної рідини, мл	5	6	7	8	9	10
Концентрація добавки						
Показник заломлення						
Різниця між $n_{x+\text{доб}}$ і n_x						

Визначають похибки вимірювань.
Роблять висновки.



ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4

Визначення фтору потенціометричним методом

4.1 Мета роботи

Мета роботи - оволодіти методикою визначення фтору потенціометричним методом.

4.2 Теоретичні відомості.

Методика використовується для визначення масової частки фтору в межах від 0,05 до 4%.

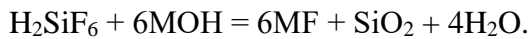
В основі методу лежить пряме потенціометричне визначення масової частки фтору за допомогою фторидного селективного електрода.

Фторид – селективний електрод працює як вимірювальний на пару з допоміжним хлорсрібним електродом. Діючим елементом вимірювального електрода є кристал LaF_3 , розміщений на його кінці.

У хлорсрібному електроді насичений розчин хлористого калію повільно витікає в розчин, що аналізується, крізь пористу перетинку і створює чітку межу між розчином хлористого калію і тим, який аналізується. В цьому випадку дифузійний потенціал між розчинами має дуже слабку стабільну величину, що дозволяє проводити вимірювання з високою точністю. В основі потенціометричного визначення лежить вимірювання е.д.с., що виникає в ланцюжку – допоміжний електрод (хлорсрібний) з постійним потенціалом – вимірювальний (фторселективний), потенціал якого змінюється залежно від концентрації іона в розчині, що аналізується. Під час зміни потенціалу фторселективний електрод разом з хлорсрібним занурюють в розчин, що аналізується. Електродна пара таким чином складає гальванічний елемент, напруга якого вимірюється в мілівольтах.

Графічну залежність е.д.с. від логарифма концентрації стандартних розчинів, що вимірюються, використовують як робочий графік під час визначення концентрації іонів F^- в цьому розчині.

Оскільки в основному в промислових середовищах одночасно наявні іони F^- та SiF_6^{2-} , а мембранний електрод селективний лише до F^- , комплексний іон SiF_6^{2-} , попередньо порушують при $pH = 8,4 - 10$.



При цих значеннях pH в осад випадають оксиди алюмінію і заліза, які можуть утворювати фторидні комплекси і тим самим заважають визначенню фтору. Вплив іонів заліза і алюмінію, що заважає, усувають введенням комплексоутворюючого агента – цитратного буферного розчину ($pH=6$).

Вміст в пробах фосфат-іона не заважає визначенню масової частки фтору за допомогою фторселективного електрода.

Нижня межа виявлення фтору – 10^{-5} моль/дм³, або 0,002%.

Лінійність градуувального графіка спостерігається до $2 \cdot 10^{-5}$ моль/дм³.

Тривалість аналізу – 25-30 хвилин.

4.3 Обладнання та реактиви

Іонометр; фторселективний електрод; хлорсрібний електрод; сушильна шафа; аналітичні терези; технічні терези; мірні циліндри об'ємом 25 см³; мірні колби об'ємом 1000, 500, 250, 50 см³; піпетки об'ємом 50, 10 см³; оцтова кислота (льодяна); гідроокис натрію (крист.); аміак водний (25% розчин); натрій фтористий (крист.); натрій хлористий (крист.); натрій лимонно-кислий (крист.); кислота соляна, розведена 1:1; кислота азотна, розведена 1:1; фенолфталеїн (індикатор) - спиртовий розчин з масовою часткою 1%, спирт етиловий технічний.

4.4 Експериментальна частина

4.4.1 Побудова градуувального графіку

Для побудови градуувального графіку готують серію розчинів для порівняння: в чотири стакани місткістю 50 см³ кожен вносять по 30-40 см³ розчину порівняння різної концентрації. Стакани по черзі ставлять на магнітну мішалку, занурюють в них іони електрода і під час перемішування вимірюють величину е.д.с.

Зняття градуувального графіка ведуть від розчину з найменшою концентрацією $C(NaF) = 1 \cdot 10^{-4}$ моль/дм³ до більшої $C(NaF) = 1 \cdot 10^{-1}$ моль/дм³.

За отриманими даними будують градуувальний графік на міліметровому папері, відміряючи на осі абсцис концентрації фтору в розчинах порівняння в моль/дм³, а на осі ординат – значення е.д.с., мВ, що їм відповідають.

Кожна точка градуувального графіка має бути середнім арифметичним двох паралельних вимірювань.

4.4.2 Розкладення проб пилу і шихти

Наважку проби пилу або шихти масою 1 г, взяту з похибкою не більше 0,02 г, помістити в мірну колбу місткістю 250 см³, приливати циліндром 10 см³, суміші соляної і азотної кислот, розведених 1:1, та нагрівати на електроплитці, періодично помішуючи майже до кипіння, але

не кип'ятити. Після розчинення наважки колбу охолоджують, довести вміст колби до мітки і перемішують.

4.4.3. Виконання вимірювань

10 см³ отриманого розчину піпеткою перенести у мірну колбу місткістю 50 см³, додати 3-5 крапель фенолфталеїну і по краплях доливати розчин аміаку з масовою часткою аміаку 25% до появи рожевого кольору, потім додати циліндром 25 см³ буферного розчину, довести вміст колби до мітки і перемішати.

Вимірюють є.д.с. отриманого розчину на іонометрі, як при знятті градувального графіка, після кожного вимірювання ретельно миючи електроди дистильованою водою.

4.4 Обробка результатів аналізу

Масову частку фтору (X) у відсотках розраховують за формулою

$$X = \frac{a \cdot 19 \cdot 50 \cdot 250 \cdot 100}{1000 \cdot 10 \cdot H} = \frac{a \cdot 2375}{H},$$

де а – молярна концентрація фтору, отримана за градувальним графіком, моль/дм³; 19 – атомна маса фтору; Н – маса наважки проби, що аналізується, г.

Звіт о виконанні роботи.