

ВСТУП

Фізична та колоїдна хімія суттєво розширила сферу своєї діяльності і перетворилася в одну з фундаментальних хімічних наук, що дозволяє проводити аналіз різноманітних продуктів (повітря, ґрунту, води і біологічного матеріалу) з метою кількісного визначення шкідливих речовин, порівняння їх з існуючими санітарними нормами і тим самим дає змогу з урахуванням одержаного теоретичного матеріалу запропонувати методи їх знешкодження.

Лабораторний практикум для студентів екологічного напрямку навчання дає їм можливість докладніше ознайомитися з різними методами досліджень біологічного матеріалу, що дозволяє одержати практичні навички роботи з визначення шкідливих речовин у навколишньому середовищі. Лабораторний практикум визначає становлення висококваліфікованого фахівця з охорони навколишнього середовища. Практикум відповідає програмі курсу.

Порядок виконання лабораторних робіт.

- 1 Працювати у хімічній лабораторії дозволяється тільки після ознайомлення з правилами техніки безпеки.
- 2 Усі роботи виконують за індивідуальним графіком.
- 3 Перед виконанням лабораторної роботи потрібно захистити практичну частину даної роботи.
- 4 Лабораторні роботи опрацьовують у зошиті, де зазначають дату виконання роботи, її назву, мету, короткі теоретичні відомості, записують експериментальні дані та їх обробку, наводять графіки на міліметровому папері, роблять висновки.
- 5 Експериментальні результати повинні бути підписані викладачем наприкінці занять.
- 6 На наступному занятті студенти захищають лабораторні роботи з теоретичного і практичного матеріалу. Одержують бали згідно із системою контролю знань.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 1

ТЕМА «Визначення молярної рефракції рідини та концентрації розчиненої речовини за показником заломлення»

Прилади і реактиви: рефрактометр типу Аббе; пікнометр; аналітичні терези; термостат; піпетки, колби; органічні розчинники (бензен, толуен, ксилол); хлорид натрію; цукор; стандартний розчин гліцерину.

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 речовини, через яку проходять електромагнітні коливання, збуджується змінне електричне поле, що також сприяє поляризації. Видиме світло, що являє собою електромагнітні коливання, приводить до поляризації, при цьому відбувається лише електронна поляризація. Величина електронної поляризації у різних речовинах неоднакова і пов'язана з різною швидкістю світла у різних речовинах і має різні показники заломлення.

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

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

де n — показник заломлення світла; ρ — густина речовини, г/см³;
 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 Пульфріха) 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 ж 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 натрію (D) n_D ($\lambda=5893$ нм), для червоної (C) n_C ($\lambda=6563$ нм), для блакитної (F) n_F ($\lambda=4861$ нм).

1 Визначення будови органічної речовини

Для визначення будови органічної речовини порівнюють молярну рефракцію, розраховану і виміряну експериментально,

користуючись формулою Лорентц-Лоренца (1).

Для перевірки рефрактометра спочатку вимірюють показник заломлення дистильованої води. Показання шкали повинно бути 1,333 (при 20⁰C). 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. Потім переміщують рукоятку з окуляром доти, поки візирна лінія не суміститься з границею темного і світлого поля. Чіткості цієї границі досягають за допомогою маховичка на осі рукоятки з окуляром, коректують установку візирної лінії на границі чорного і світлого поля.

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

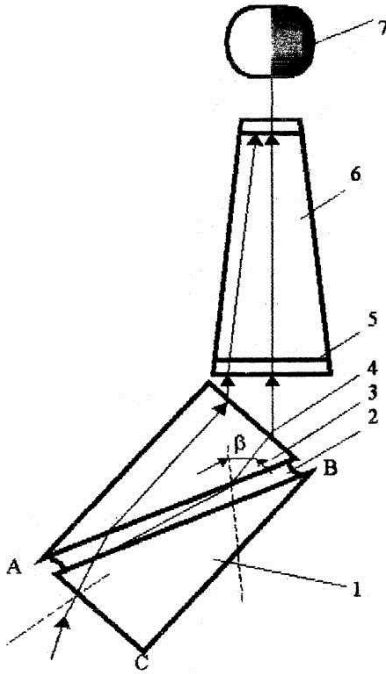


Рисунок 1 – Принципова схема рефрактометра типу Аббе:

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

Густину рідини вимірюють за допомогою пікнометра. Для цього беруть сухий пікнометр і зважують на аналітичних терезах з точністю 0,0001, одержують m_0 . Потім наливають дистильованої води за допомогою капіляра у пікнометр точно до позначки і зважують на аналітичних терезах, при цьому одержують величину m_1 . Далі виливають дистильовану воду з пікнометра і заповнюють за допомогою капіляра пікнометр досліджуванним розчином до позначки і знову зважують на аналітичних терезах, при цьому одержують величину m_2 . Густина рідини обчислюють за формулою

$$\rho = \frac{m_2 - m_0}{m_1 - m_0} \rho_{H_2O}, \quad (3)$$

де m_0, m_1, m_2 – відповідно маса порожнього пікнометра, пікнометра з водою і з досліджуваною речовиною, г; ρ_{H_2O} - густина води, г/см³.

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

II Визначення концентрації розчиненої речовини за показником заломлення

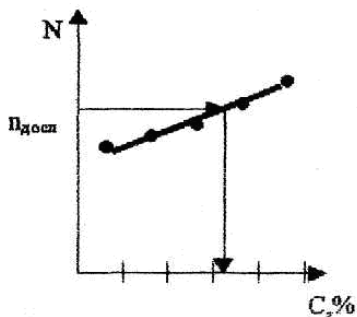
1 Показник заломлення розчину залежить від концентрації розчиненої речовини. Цю залежність використовують для визначення концентрації різних речовин (вміст спирту у воді, солі у воді, цукру у воді та інші) методом калібрувального графіка. Перевірку рефрактометра до роботи проводять як описано у п. 1.

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 %. Для цього беруть наважку солі хлориду натрію (цукру) на аналітичних терезах з розрахунку 5 % розчину і далі методом розведення готують серію стандартних розчинів. Можна використовувати інші методи приготування стандартних розчинів, наприклад, метод окремих наважок.

Показники заломлення стандартних розчинів вимірюють на рефрактометрі (не менше трьох вимірювань) і заносять до таблиці 1. Обчислюють середнє значення показника заломлення.

Таблиця 1 – Еталонний розчин

Концентрація розчину, %						
Показник заломлення						
Середнє значення показника 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 до роботи проводять так само, як описано у п.1. Потім вимірюють показник заломлення досліджуваного розчину (видається викладачем). Після цього 5 см^3 досліджуваного розчину наливають у пробірку і додають 1 см^3 стандартного розчину гліцерину. Вимірюють показник заломлення. Цю операцію виконують додаючи кожний раз 2, 3, 4, 5 см^3 стандартного розчину. Кожен раз вимірюють показник заломлення (не менше трьох разів) і заносять до таблиці 2.

Концентрацію гліцерину обчислюють за формулою

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

n_x - показник заломлення досліджуваної речовини; Δn – різниця між показниками заломлення досліджуваної речовини з добавкою стандартного розчину і досліджуваного розчину; $C_{\text{доб}}$ – концентрація добавки з урахуванням 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.

Запитання для самоперевірки

- 1 На чому ґрунтується рефрактометричний метод аналізу?
- 2 Від яких факторів залежить показник заломлення?
- 3 Що Вам відомо про мольну рефракцію?
- 4 Як розрахувати мольну рефракцію?
- 5 Чим визначається поляризація молекул при проникненні світла?
- 6 Які практичні задачі можна розв'язувати методом рефрактометрії?
- 7 Визначте питому рефракцію гексанолу, коли $n_D = 1,4208$; $\rho = 0,831 \text{ г/см}^3$ при однаковій температурі.
- 8 Визначте мольну рефракцію бензойної кислоти, використовуючи правило адитивності рефракції.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 2

ТЕМА «Визначення розмірів частинок дисперсних систем, що не підпадають під рівняння Релея»

Мета - оволодіти прийомами фотометричного визначення розмірів частинок дисперсних незабарвлених систем.

Теоретичні відомості

Рівняння Релея може бути використано для визначення розмірів частинок кулястої форми, коли радіус частинки не більше $1/20$ довжини хвилі (λ) падаючого світла:

$$n = \sqrt{\frac{3\lambda^4}{4\pi c F}} \quad (5)$$

Зі збільшенням розмірів частинок закон Релея перестає виконуватися, й інтенсивність розсіяного світла обернено

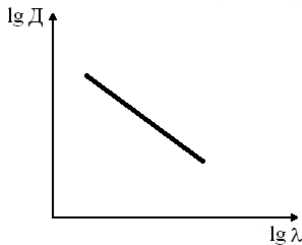
пропорційна довжині хвилі у степені, меншому ніж четвертий. У цьому випадку використовують емпіричне рівняння Геллера

$$D = k \lambda^n, \tag{6}$$

де k - константа, не залежна від довжини хвилі;
 λ - довжина хвилі падаючого світла.

$$\lg D = \lg k - n \lg \lambda. \tag{7}$$

Залежність $\lg D = f(\lg \lambda)$ являє собою пряму лінію, тангенс кута якої дорівнює показнику степеня n зі знаком мінус.



Значення n залежить від співвідношення між розміром частинок та довжиною хвилі падаючого світла:

$$z = 8\pi r / \lambda. \tag{8}$$

Значення n для z (2-8) наведені у таблиці 3.

Таблиця 3 – Показник степеня у рівнянні Геллера залежно від параметра z

N	z	N	z
3,812	2,0	2,807	5,5
3,686	2,5	2,657	6,0
3,573	3,0	2,533	6,5
3,436	3,5	2,457	7,0
3,284	4,0	2,379	7,5
3,121	4,5	2,329	8,0
3,060	5,0		

Після визначення z за таблицею визначають радіус частинок:

$$r = \frac{z \cdot \lambda}{8\pi} \tag{9}$$

Цей метод, як і рівняння Релея, застосовується тільки для “білих золів”, тобто незабарвлених дисперсних систем.

Експериментальна частина

Матеріали та реактиви: фотоелектроколориметр ФЕК; мірні колби; піпетки; водний 1 N розчин амоніаку; високодисперсний золь.

Спочатку вимірюють оптичну густину золь за допомогою фотоелектроколориметра, використовуючи світлофільтр ТЗ і кювети, для порівняння використовують кювету з дистильованою водою. Значення оптичної густини золь повинно визначатися при 0,70-0,95. Якщо значення D золь більше чи менше від названих, то відповідно треба зменшити чи збільшити концентрацію дисперсної фази у золі (практично це робиться додаванням білого золь чи розведенням розчину дистильованою водою у посуді, де міститься білий золь).

Значення довжини хвиль світлофільтрів ФЕК становлять

Номер світло-фільтра							
λ , нм	400	440	483	540	582	620	625

Потім визначають оптичну густину золь при різних довжинах хвиль падаючого світла (Т 3–9), кожний раз послідовно переключаючи світлофільтр фотоелектроколориметру на панелі. Для кожної довжини хвилі оптичну густину визначають тричі і розраховують середнє значення оптичної густини.

Виміряні значення D заносять до таблиці 4.

Потім обчислюють значення $\lg \lambda$ і $D_{\text{сер}}$. Будують графік залежності $\lg(D_{\text{сер}}) = f(\lg \lambda)$. За графіком визначають n і розраховують радіус частинок золів:

$$r = \frac{Z \cdot \lambda}{8\pi}. \quad (10)$$

Таблиця 4 – Експериментальні дані для розрахунку розмірів частинок

Номер світлофільтра	λ , нм	$\lg \lambda$	D	$D_{\text{сер}}$	$\lg D_{\text{сер}}$
3					
4					
5					
6					
7					
8					
9					

При розрахунку потрібно підставляти середнє значення довжини хвиль:

$$\lambda_{\text{сер}} = \frac{\lambda_{\text{max}} + \lambda_{\text{min}}}{2}. \quad (11)$$

Обчислене значення r відповідає середньому радіусу частинок золю.

Запитання для самоперевірки

- 1 Формула Релея та її застосування.
- 2 Явище світлорозсіювання у гетерогенних системах.
- 3 Теоретичні основи нефелометрії і турбідиметрії.

- 4 Прилади для нефелометричних визначень.
- 5 Необхідні умови використання рівняння Релея.
- 7 За яких умов можна використовувати рівняння Релея.
- 8 Практичне застосування нефелометричних і турбідиметричних методів аналізу.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

ТЕМА «Визначення швидкості та порога коагуляції золю»

Мета - навчитися практично визначати поріг коагуляції золів та швидкість коагуляції.

Теоретичні відомості

Дисперсні системи здатні коагулювати відразу, а також можуть тривалий час зберігати властивий їм ступінь дисперсності і однорідно розподілятися по всьому об'єму, який займає система. Ці системи термодинамічно не стійкі. З термодинамічною нестійкістю дисперсних систем пов'язана відповідність агрегатної стійкості, яка визначається як здатність системи зберігати первісний ступінь дисперсності.

Здатність зберігати однорідне розподілення частинок по всьому об'єму характеризується седиментаційною стійкістю. Чим ступінь дисперсності більший, тим більша в'язкість дисперсійного середовища та седиментаційна стійкість.

Втрата внаслідок будь-яких впливів агрегатної стійкості приводить до коагуляції золю.

Мінімальна концентрація електроліту, що зумовлює повну коагуляцію золю, називається порогом коагуляції

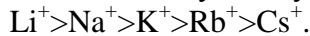
$$ПК = \frac{C_m V_{el}}{V_3} . \quad (12)$$

Об'ємом електроліту у знаменнику знехтують, бо додають дуже малі об'єми електроліту до об'єму золю.

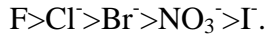
Величину, обернену до ПК, називають коагулюючою здатністю електроліту.

Правило Шульце-Гарді: коагулюючу дію справляє йон протилежного знака стосовно до заряду поверхні частинок, вона виявляється тим сильнішою, чим вищий заряд коагулюючого йона. Підвищення коагулюючої здатності відбувається не пропорційно заряду коагулюючого йона, а в значно більшому ступені.

Поріг коагуляції солей лужних металів стосовно негативно заряджених золів збільшується у ліотропному ряду:



Однозарядні аніони за їх впливом на позитивно заряджені золі також розміщуються у ліотропному ряду за порядком зменшення порогів коагуляції:



Для концентраційної коагуляції значення порогів коагуляції обернено пропорційне заряду коагулюючих йонів у шостому ступені:

$$\text{ПК} = k Z^{-6}, \quad (13)$$

де Z – заряд йона, який зумовлює коагуляцію.

Швидкість коагуляції визначається кількістю ефективних зіткнень частинок. Швидкістю коагуляції (V) називається зменшення чисельної концентрації (v) частинок системи за одиницю часу:

$$V = \frac{dv}{dt}. \quad (14)$$

Експериментальна частина

Матеріали і прилади: а) фотоелектроколориметр ФЕК, мірні колби місткістю 100 см³; піпетки місткістю 1 см³ і 10 см³, вискодисперсний золь, водний 1% розчин аміаку; б) пробірки, піпетки місткістю 1 см³ і 5 см³, секундомір; 1 М розчин KCl, NaCl; 0,8 М розчин K₂SO₄, Na₂SO₄; 2 N розчин FeCl₃.

1 Визначення швидкості коагуляції

Для визначення швидкості коагуляції беруть розчин золю, для якого оптична густина мінімальна, тобто вимірювання проводять при сталій довжині хвилі.

У кювету фотоколориметра ставлять кювету, в яку поміщено $2,5 \text{ см}^3$ розбавленого 1:1000 розчину латексу і $2,5 \text{ см}^3$ 1 М розчину NaCl. Включають секундомір і проводять вимірювання оптичної густини золю з інтервалом 1 хвилина протягом 10-15 хвилин. Вимірювання проводять послідовно три рази і беруть середнє значення оптичної густини для розрахунків. Дані заносять до таблиці 5.

Таблиця 5

τ	D	lgD	ν , мкм	ν^{-3}	N

Радіус частинок визначають за формулою

$$\nu = 194 - 46,2 \frac{\lg K - \lg D}{\lg K}. \quad (15)$$

Величину lgK розраховують з рівняння

$$\lg D = \lg K - n \lg \lambda \quad (16)$$

після того, як обчислена величина n (лаб. роб. 3).

За знайденими значеннями для різних моментів часу (у процесі коагуляції) розраховують вміст збільшення частинок у результаті коагуляції:

$$N = \frac{\nu_0^{-3}}{\nu^{-3}} \cdot 100\%, \quad (17)$$

де ν_0 – розмір частинок вихідної монодисперсної системи.

Будують графік залежності $N = f(\tau)$ за одержаними

даними і роблять висновки.

II Визначення порога коагуляції гідрату оксиду феруму (III) нейтральними солями

Гідрат оксиду феруму (III) одержують гідролізом 2 N розчину FeCl₃.

Поріг коагуляції визначають додаванням до золю солей із запропонованих: KCl, NaCl, K₂SO₄, Na₂SO₄.

У 10 чистих пробірок наливають з бюретки по 2 см³ дослідного золю. Розчин солей розбавляють дистильованою водою в співвідношенні 1:1, 1:2, 1:4, 1:8 і у кожна з пробірок із золем додають по 1 см³ розбавленого розчину солі потрібної концентрації. Через 1 годину помічають пробірки, в яких явно відбулася коагуляція.

Потім для кожної солі готують другу серію з п'яти розбавлених так, щоб концентрації розчинів розмістилися між двома значеннями концентрації, де відбулася коагуляція і де не відбулася. Помічають пробірку з найменшою кількістю солі, де явно відбулася коагуляція через 1 годину.

Результати заносять до таблиці 6.

Таблиця 6 – Результати досліджень порога коагуляції

Сіль	Перша серія розведення				
	1:8	1:4	1:2	1:1	1:0
KCl	-	-	+	+	+
	Друга серія розведення				
	1:8	1:7	1:6	1:5	1:4
KCl	-	-	+	+	+

Розрахунки порога коагуляції проводять за формулою

$$PK = \frac{C_m \cdot V_{el} \cdot 10^6}{V_{(зол+ел)} + \sum n_{розв}} \left[\frac{\text{моль}}{\text{м}^3} \right], \quad (18)$$

де $V_{(зол+ел)}$ – об'єм золю й електроліту, см³;

C_m – молярна концентрація солі, моль/л;

V_{el} – об'єм електроліту, см³;

$\sum n_{розв}$ – сума розведення, при якій починається коагуляція (при розведенні 1:5 починається коагуляція, 1+5 = 6).

Запитання для самоперевірки

- 1 Що таке поріг коагуляції?
- 2 Кінетична і агрегативна стійкість. Від чого вона залежить?
- 3 Правило Шульце-Гарді.
- 4 Які речовини використовують для коагуляції золів?
- 5 Кінетика коагуляції.
- 6 Захист колоїдних систем від коагуляції.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 4

ТЕМА «Визначення йона феруму (III) у питній воді»

Мета - оволодіти прийомами фотометричного визначення йона феруму (III) у питній воді

Теоретичні відомості

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

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

Колориметр фотоелектричний концентраційний КФК-2МП 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 почерговому вимірюванні світлового потоку, який проник через розчинник чи контрольний розчин, та потоку, який проник через дослідний розчин.

Метод аналізу ґрунтується на вибірковому поглинанні світла аналізованою речовиною та існуванні пропорційної залежності між світлопоглинанням і концентрацією речовини, яка поглинає світло, що виражається законом Бугера-Ламберта-Бера:

$$D = \lg \frac{I_0}{I} = \varepsilon \cdot c \cdot l, \quad (19)$$

де I_0, I — інтенсивність світлового потоку, що падає на розчин і який проник крізь розчин; l — товщина шару, см; c — молярна концентрація розчину, моль/л; ε — молярний коефіцієнт поглинання, л/моль·см; D — оптична густина розчину.

Молярний коефіцієнт поглинання залежить від природи речовини, довжини хвилі падаючого світла і відповідає оптичній густині 1 М розчину даної речовини при товщині шару 1 см.

Розрізняють колориметричні (візуальні) та фотометричні методи аналізу.

Колориметричний метод. Ґрунтується на візуальному порівнянні інтенсивності забарвлення досліджуваного розчину і стандартного за допомогою методу порівнювання (колориметри Дюбокса, Кол-1М); розведення (колориметричні циліндри); колориметричної шкали (стандартних серій); колориметричного титрування. Концентрація речовини у методі порівнювання розраховується за формулою

$$C_{\text{досл}} I_{\text{досл}} = C_{\text{ст}} I_{\text{ст}}. \quad (20)$$

Фотоелектроколориметричний метод. Метод базується на застосуванні фотоелемента, який перетворює світлову енергію в електричну. Сила струму пропорційна інтенсивності світла, що падає на поверхню фотоелемента. Товщина шару порівнюваних розчинів стала і її не вимірюють. Для вимірювання інтенсивності проникаючого світла використовують фотоелектроколориметри (ФЕК-М, ФЕК-56).

Принципова схема ФЕК-М. ФЕК-М – це двоплечовий прилад з компенсаційною схемою, в якій фотоелементи ввімкнуті за принципом протитечії. Один із елементів розміщений у контрольному світловому потоці. Для порівнювання двох світлових потоків застосовується щілинна діафрагма. Нулем-інструментом є гальванометр, вмонтований у панель приладу.

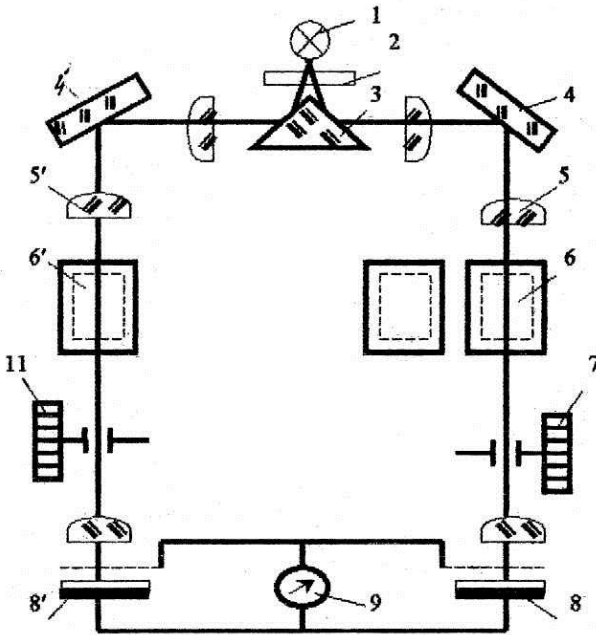


Рисунок 2 – Оптична схема ФЕК-М:

- 1 – лампа;
- 4,4' – дзеркала;
- 2,2' – світлофільтри;
- 6,6' – кювети;
- 5,5' – лінзи;
- 3,3' – призми;
- 8,8' – фотоелементи;
- 9 – мікроамперметр;
- 7,11 – діафрагми

Світловий струм від лампи 1 (рис.2) проникає через світлофільтр 2, потрапляє на призму 3, яка поділяє світловий струм на два рівні струми. Світлові струми від дзеркал 4,4' через лінзи 5,5' виходять паралельно, проникають крізь кювети 6,6' і потрапляють на фотоелементи 8,8'. У правий світловий струм вводяться послідовно кювети у лівому світловому струмі встановлюється кювета порівняння. Діафрагма 7 змінює інтенсивність світлового струму і потрапляє на фотоелемент 8. Діафрагма 11 послаблює лівий світловий струм. Правий барабан є вимірювальним, лівий – компенсаційним.

При фотоелектричних вимірах звичайно готують серії стандартних розчинів та будують калібрувальний графік у координатах: оптична густина – концентрація досліджуваної речовини в розчині, за допомогою якого знаходять вміст компонента, що визначається.

Широко використовують метод добавок. Його застосовують під час аналізу великої кількості проб, що містять один і той самий компонент. Для цього визначають оптичну густину розчину D_x і аналізованої суміші та стандартного розчину добавки з відомим вмістом визначуваного компонента $D_{(x+доб)}$. За результатами вимірювання креслять калібрувальні графіки $D = f(C)$.

Калібрувальна крива екстраполюється до перетину з віссю абсцис. Порівнюючи два подібні трикутники $D_{(x+доб)} C_0$ ($C_{x+доб}$) та $D_x C_0 C_x$, можна одержати математичний вираз для розрахунку концентрації визначуваного компонента.

$$C_x = C_{доб} \frac{D_x}{D_{x+доб} - D_x} . \quad (21)$$

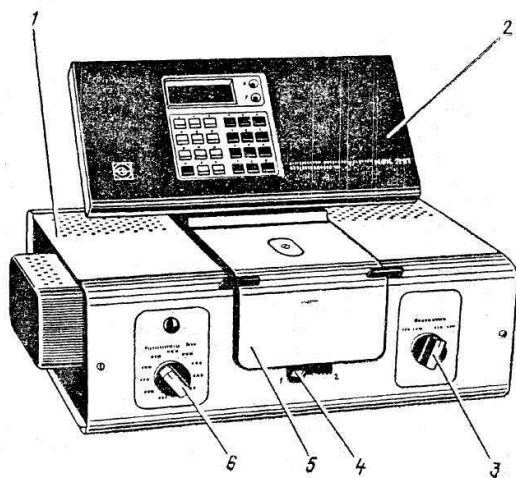


Рисунок 3 – Загальний вигляд колориметра КФК-2МП:

- 1 – колориметричний блок;
- 2 – розрахунковий блок;
- 3 – ручка для переключення фотоприймача;
- 4 – ручка для виведення кювети у світловий потік;
- 5 – кришка кюветного відділення;
- 6 – ручка для встановлення світлофільтра

Підготовка приладу КФК-2МП до роботи

Включити тумблер “СЕТЬ”, при цьому повинна

засвітитися сигнальна лампа (на цифровому табло з'являться різні символи).

Натиснути кнопку “ПУСК” – на цифровому табло з'явиться миготлива кома і засвітиться індикатор “Р”. Держати колориметр у включеному стані протягом 15 хв при відчиненій кришці кюветного відділення.

Перед вимірюванням “нульового відліку” n_0 кришку кюветного відділення відкрити. Через 5 с натиснути клавішу “Ш(О)”. На цифровому табло справа від миготливої коми з'явиться значення n_0 , а зліва – символ “О”. Значення n_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 Вимірювання коефіцієнта пропускання

У кюветне відділення встановити кювету з контрольним розчином, відносно якого проводиться вимірювання (дистильовану воду). 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 у положення “1”. Закрити кришку кюветного відділення, натиснути клавішу “К(1)”. На цифровому табло зліва від миготливої коми засвітиться символ “1”.

Потім ручку 4 встановити у положення “2” (у світловий струм вводиться кювета з дослідним розчином)є

Натиснути клавішу “(2)”. На цифровому табло зліва від миготливої коми з'явиться символ “2”, який показує, що відбувається вимірювання коефіцієнта пропускання. Відлік на цифровому табло справа від миготливої коми відповідає коефіцієнту пропускання дослідного розчину.

Вимірювання проводять 2-3 рази.

2 Вимірювання оптичної густини у режимі одиничних вимірювань

У кюветне відділення встановити кювети із контрольним

розчином та дослідним розчином. Ручкою 6 встановити необхідний світлофільтр, ручкою 3 – необхідний фотоприймач.

Ручку 4 встановити у положення “1”, закрити кришку кюветного відділення та натиснути клавішу “K(1)”. На цифровому табло зліва від миготливої коми з’явиться символ “1”. Потім ручкою 4 встановити у положення “2”.

Потім натиснути клавішу “D(%)”. 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.

Експериментальна частина

Матеріали та реактиви: сульфосаліцилова кислота, 10% розчин; залізо-амонійний галун (стандартний розчин містить 0,1 мг йона феруму (III) в 1 мл); сульфатна кислота, 0,5 М розчин; амоніак, 10% розчин; аналітичні терези; КФК-2МП; мірні колби місткістю 50 см³; піпетки.

Будова калібрувального графіка

Послідовно у 6 мірних колб вливають 0, 2, 4, 6, 8, 10 см³ стандартного розчину залізоамонійного галуну (стандартний розчин готують у мірній колбі місткістю 1000 см³: розчиняють 0,8636 г галуну в дистильованій воді, підкислюють сульфатною кислотою до рН 2, об’єм розчину доводять дистильованою водою до позначки). Додають у кожен колбу по 3 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 см³ сульфатної 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 йона феруму (III) у 50 см³ розчину.

Оптичну густину виміряють як це описано вище при 540 нм. Вимірювання проводять 3 рази. Дані заносять до таблиці 7. За отриманими даними будують градувальний графік у координатах: оптична густина – вміст йона феруму (III), мг/50 см³.

Таблиця 7

Вміст Fe^{3+} , мг/50 см ³	0	0,2	0,4	0,6	0,8	1,0	Досл.
Оптична густина D							
Оптична густина $D_{\text{сер}}$							

Хід визначення. У мірну колбу місткістю 50 см³ вливають 25 см³ дослідної води (видається викладачем), додають 3 см³ розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 см³ сульфатної кислоти і об'єм доводять до позначки дистильованою водою, перемішують. Вимірюють оптичну гуστину (як зазначено вище) не менше 3 разів, кожний раз наливають новий розчин у кювету. Розраховують середню величину густини і визначають вміст йона феруму (III) за калібрувальним 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 йона феруму (III) в 1 дм³ дослідної води (мг/см³) розраховують за рівнянням

$$Q = \frac{g \cdot 1000}{25}, \quad (22)$$

де g — вміст йона феруму (III) в 25 см³ дослідної води за калібрувальним графіком.

Побудова калібрувального графіка і визначення концентрації речовини на приладі

За калібрувальним графіком визначають коефіцієнти “с” і “b”, де $c = D_0$ — значення оптичної густини при $c = 0$:

$$b = \operatorname{tg} \alpha = \frac{D_i - D_{i-1}}{c_i}, \quad (23)$$

де c_i , D_i — точки калібрувального графіка.

Ввести у пам'ять розрахункового блока коефіцієнти “с” і “b”. Для цього нажати клавіші “с” (“b”), СБР – на цифровому табло зліва від миготливої коми з'явиться символ “с”(b). Набрати за допомогою клавіатури значення коефіцієнтів “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.

Роблять висновок, у якому порівнюють значення вмісту йонів феруму (III), одержаними за різними методиками. Знаходять похибку вимірювань цими методами.

Запитання для самоперевірки

- 1 Фізико-хімічні методи аналізу, їх перевага та взаємозв'язок із хімічними методами аналізу.
- 2 Сформулюйте закон Бугера-Ламберта-Бера і запишіть для нього математичний вираз.
- 3 Теоретичні основи колориметрії.
- 4 Яка фізична суть молярного коефіцієнта поглинання? Від яких чинників він залежить?
- 5 Що таке оптична густина розчину? Як вона залежить від концентрації речовини та товщини шару розчину?
- 6 Наслідки основного закону колориметрії.
- 7 Як класифікуються колориметричні методи аналізу? Суть методу.
- 8 Накресліть принципову схему фотоколориметра та поясніть його роботу.
- 9 Практичне застосування колориметричного аналізу.
- 10 Для визначення мангану приготований стандартний

0,01 н розчин KMnO_4 . Із наважки сплаву 0,5 г після відповідної обробки отримано 150,0 мл розчину, який містить манган у вигляді KMnO_4 . Три проби цього розчину порівнювали у колориметрі при $l_{\text{ст}} = 5$ см. Інтенсивності забарвлення були однакові при $l_x = 8,52$; 8,50 і 8,46 см. Розрахувати вміст мангану у сплаві (%).

Відповідь: 1,94 %.

- 11 При проникненні світла через шар розчину товщиною 1 см інтенсивність його зменшилась на 10 %. Яка буде інтенсивність світла, що проникло через шар цього ж розчину товщиною 10 см?

Відповідь: 31,4 %.

Інструкція з техніки безпеки при виконанні лабораторних робіт у хімічній лабораторії

1 Загальні положення

- 1.1 Заходити в лабораторію та проводити роботу тільки з дозволу викладача.
- 1.2 Робота у лабораторіях з хімічними речовинами без спецодягу (білий халат з довгими рукавами) забороняється.
- 1.3 Студент повинен працювати за закріпленим робочим місцем. Перехід на інше робоче місце без дозволу викладача не допускається.
- 1.4 Забороняється працювати у лабораторії у відсутності викладача або лаборанта, а також у невизначений час без дозволу викладача.
- 1.5 До виконання кожної роботи студенти можуть приступати тільки після проходження інструктажу з охорони праці.

2 Вимоги безпеки перед початком роботи

- 2.1 Перш ніж розпочати роботу, студент зобов'язаний вивчити теоретичний матеріал та методику проведення досліду.
- 2.2 Перевірити правильність зібраного приладу чи установки.
- 2.3 Перевірити відповідність взятих речовин речовинам, зазначеним в описі роботи.
- 2.4 Перед використанням реактиву прочитати етикетку на склянці, щоб переконатися у тому, що взятий необхідний реактив.
- 2.5 Не можна користуватися реактивами, які не зазначені у вказівках з проведення аналізу, не рекомендованими викладачем.

3 Вимоги безпеки під час роботи

- 3.1 Під час роботи необхідно дотримуватися максимальної обережності, розуміючи, що неакуратність, неухважність, недостатнє ознайомлення з приладами та властивостями речовин, з якими проводиться робота, може призвести до нещасного випадку.
- 3.2 Робоче місце утримувати у чистоті та порядку.

- 3.3 Не класти на робоче місце сторонні предмети. На столі залишати тільки посуд, необхідний для роботи, підручник та журнал лабораторних робіт. Усі записи роботи у журналі.
- 3.4 Усі прилади, посуд, реактиви розкладати на столі у визначеному порядку.
- 3.5 Забороняється, виходячи із лабораторії, виносити будь-які речовини, не можна ці речовини нікому давати.
- 3.6 Забороняється нахилитися над посудиною, в якій щонебудь кипить, або в якій налита яка-небудь речовина (особливо їдка), тому що непомітні бризки можуть потрапити в очі.
- 3.7 Одягати запобіжні окуляри у дослідах, де можливі розпилення чи розбрикування речовин, вибухи.
- 3.8 Забороняється нагрівати на відкритому полум'ї пробірки з реагуючими речовинами. Можливі викиди із пробірки, що призводить до втрати досліджуваної речовини. Пробірки необхідно нагрівати на водяній бані. Під час нагрівання розчину у пробірках забороняється спрямовувати отвір пробірки до себе або на працюючих поряд колег, зазирати у пробірку зверху, оскільки при можливому викиді речовини із пробірки можуть бути нещасні випадки.
- 3.9 Забороняється закривати пробірку пальцем при перемішуванні розчину. У тих випадках, коли необхідно понюхати розчин або пахучі речовини, необхідно легким порухом долоні спрямувати струмінь повітря від посудини до себе та обережно понюхати. При необережному вдиханні отруйних газів та парів відбувається отруєння організму.
- 3.10 Усі роботи з легкозаймистими рідинами (етер, бензен, ацетон, етанол та ін.) необхідно проводити віддалік від відкритого полум'я, оскільки можливе несподіване займання їх. Працювати необхідно з включеною тягою, щоб пари не накопичувалися в атмосфері приміщення у небезпечній кількості.
- 3.11 Забороняється пробувати на смак хімічні речовини.

- 3.12 Забороняється переносити включені прибори та залишати їх без нагляду.
- 3.13 Отримані у процесі експерименту речовини необхідно зберігати у відповідній посудині з етикетками, підписаними чітко восковим олівцем.
- 3.14 Пролиті на підлогу або на стіл хімічні рідини студенти знезаражують та видаляють під керівництвом лаборанта (викладача) відповідно до діючих правил.
- 3.15 При відборі концентрованих кислот та лугів піпетками забороняється засмоктувати рідину ротом, для цього на піпетки надівають гумові груші.
- 3.16 Кристалічний луг з банок відбирають капсуляторкою.
- 3.17 З речовинами, які утворюють дим, туман, а також зі шкідливим або специфічним запахом необхідно працювати під тягою.
- 3.18 Не проводити жодних дослідів у брудній посудині.

4 Вимоги безпеки по закінченню роботи

- 4.1 Після проведення досліду вимити посуд і поставити на визначені для нього місця.
- 4.2 Використані фільтри, бите скло, папір, сірники та інше збирати у спеціальні відра та ящики. Розчини кислот, лугів зливати у скляні банки, призначені для цих цілей.

5 Вимоги безпеки в аварійних випадках

- 5.1 Під час нещасних випадків потерпілому потрібно надати долікарняну допомогу, за потреби викликати лікаря. До прибуття медичного працівника потерпілому повинні бути забезпечені спокій, приплив свіжого повітря.
- 5.2 Під час термічних опіків обпечене місце необхідно присипати бікарбонатом натрію (содою), крохмалем, тальком або зробити примочки із свіжо приготованих 2% розчинів соди, перманганату марганцю або нерозведеного етилового спирту.
- 5.3 Під час опіків хімічними речовинами, особливо кислотами, за винятком сульфатної, або лугами, уражену ділянку шкіри необхідно промити великою кількістю води, після

чого на обпечене місце накласти примочку: при опіках кислотою - з 2% розчину соди, при опіках лугами – з 1-2 % розчину оцтової кислоти.

- 5.4 Під час потрапляння в очі крапель кислоти необхідно промити великою кількістю води, а потім 3% розчином соди.
- 5.5 Під час спалахування одягу необхідно загасити полум'я на потерпілому, накинувши на нього азбестову або шерстяну ковдру. Загасивши полум'я приступити до надання першої допомоги.
- 5.6 Під час порізів рук чи інших частин тіла склом необхідно видалити з рани дрібне скло, після чого промити її 2% розчином перманганату калію або етиловим спиртом, змастити йодною настоянкою та забинтувати.
- 5.7 Під час ураження електричним струмом потерпілому, який не втратив свідомість, необхідно забезпечити спокій та надходження чистого повітря. При втраті свідомості або при припиненні дихання та серцевої діяльності необхідно зробити штучне дихання та непрямий масаж серця до приїзду швидкої допомоги.

Список літератури

1. Барковский В.Ф., Городенцева Т.Б., Топорова Н.Б. Основы физико-химических методов анализа. -М.: Высшая школа, 1983. – 343 с.
2. Кнорре Д.Г. и др. Физическая химия. – М.: Высшая школа, 1990. – 416 с.
3. Рэвич-Щербо И.И., Новиков В.В. Физическая и коллоидная химия, 1975. – 256 с.
4. Захарченко В.Н. Коллоидная химия. – М.: Высшая школа, 1989. – 238 с.
5. Фролов Ю.Г. Курс коллоидной химии. Поверхностные явления и дисперсные системы. – М.: Химия, 1989. – 464 с.
6. Усков І.О., Єременко Б.В., Пелішенко С.С., Нижник В.В. Колоїдна хімія з основами фізичної хімії високомолекулярних сполук. – Київ:Вища школа, 1995. – 142 с.
7. Колоїдна хімія: конспект лекцій / Л.М.Миронович, І.Г.Воробйова. – Суми:Вид-во СумДУ, 2009. – 70 с.

Додаток А
(довідковий)

Рефракції атомів і зв'язків (при $\lambda_D = 5893$ нм)

<i>Атом, група або зв'язок</i>	<i>R, см³/г</i>
Гідроген	1,100
Карбон	2,418
СН ₂ -група	4,618
Оксиген гідроксильний	1,525
Оксиген етеровий	1,643
Оксиген карбонільний	2,211
Флуор	0,997
Хлор	5,967
Бром	8,865
Йод	13,900
Сульфур (R-SN)	7,69
Нітроген	
Первинні аліфатичні аміни	2,322
Вторинні аліфатичні аміни	2,502
Третинні аліфатичні аміни	2,840
Первинні ароматичні аміни	3,213
Нітрили	3,118
Амоніак	2,48
Нітрогрупа (в алкілнітрах)	7,59
Нітрогрупа (в нітроарилах)	7,30
Подвійний зв'язок	1,733
Потрійний зв'язок	2,398
Тричленний цикл	0,7
Чотиричленний цикл	0,46
Цикл С ₈ -С ₁₅	0,55