

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ
ХАРКІВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
МІСЬКОГО ГОСПОДАРСТВА імені О. М. БЕКЕТОВА

МЕТОДИЧНІ РЕКОМЕНДАЦІЇ

до проведення практичних та лабораторних занять
із навчальної дисципліни

**«ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ ЗАБРУДНЕННЯ РЕЧОВИН ТА
САНІТАРНО-ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ»**

*(для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти
денної форми навчання зі спеціальності 101 – Екологія, освітньо-професійна
програма «Екологія»)*

Харків
ХНУМГ ім. О. М. Бекетова
2023

Методичні рекомендації до проведення практичних та лабораторних занять із навчальної дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу забруднення речовин та санітарно-хімічний аналіз» (для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти денної форми навчання зі спеціальності 101 – Екологія, освітньо-професійна програма «Екологія») / Харків. нац. ун-т міськ. госп-ва ім. О. М. Бекетова ; уклад. : В. О. Юрченко, О. Г. Мельнікова. – Харків : ХНУМГ ім. О. М. Бекетова, 2023. – 39 с.

Укладачі: д-р техн. наук, проф. В. О. Юрченко,
канд. техн. наук, доц. О. Г. Мельнікова

Рецензент

Т. В. Дмитренко, кандидат технічних наук, доцент кафедри інженерної екології міст Харківського національного університету міського господарства імені О. М. Бекетова

Рекомендовано кафедрою інженерної екології міст, протокол № 6 від 9 жовтня 2023 р.

ЗМІСТ

ВСТУП.....	4
1 ОСНОВИ ЛАБОРАТОРНОГО ФІЗИКО-ХІМІЧНОГО ПРАКТИКУМУ.....	6
Практична робота № 1 Загальні вимоги. Техніка безпеки. Правила роботи у хімічній лабораторії.....	6
Практична робота № 2 Хімічний посуд та прилади.....	9
2 ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ.....	16
Практична роботи № 3 Визначення рН розчину з використанням скляного електрода методом прямої потенціометрії.....	16
Практична робота № 4 Іонометричне визначення нітрат-іонів у ґрунтах та солях.....	21
3 ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ.....	23
Лабораторна робота № 1 Фотоколориметричний аналіз забарвлених речовин за власним поглинанням.....	23
Лабораторна робота № 2 Визначення азоту амонійного.....	26
Лабораторна робота № 3 Визначення нафтопродуктів у воді методом екстракції.....	27
Лабораторна робота № 4 Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії.....	32
СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНИХ ДЖЕРЕЛ.....	38

ВСТУП

Підготувати кваліфіковані кадри зі спеціальності 101 – Екологія неможливо без вивчення фізико-хімічних методів аналізу. Це пов'язано з тим, що фізико-хімічні методи є базовими для всіх хімічних технологій: виробництва будівельних полімерних матеріалів, хімічних процесів переробки та знешкодження побутових відходів, контролю впливу хімічних виробництв на стан навколишнього природного середовища тощо. Фізико-хімічні та хімічні методи аналізу використовуються під час розробки нових енерго- і ресурсозберігаючих технологій виробництва полімерів та будівельних виробів із них, є базовими для впровадження екологічно чистих сучасних технологій, що створюють відповідно до принципів «зеленої хімії» та «зеленої енергетики».

Лабораторний практикум «Фізико-хімічні методи аналізу» розроблений на підставі навчальних програм дисциплін для спеціальності 101 – Екологія. Згідно з розробленими програмами передбачено, окрім теоретичної частини (лекційний курс), проведення практикуму, який складається з виконання лабораторних і практичних робіт.

Головною метою практикуму є ознайомлення з основними фізико-хімічними та хімічними методами кількісного аналізу об'єктів природного та штучного походження, навчання поводженню з розповсюдженими приладами щодо аналізу та використання математичного апарату для статистичної обробки результатів аналізу. Студент повинен ознайомитися з теоретичними основами фізико-хімічних методів аналізу, принципами будови й роботи приладів, їх класифікацією, сучасним станом і перспективами розвитку, використовувати набуті знання в професійній діяльності, моделювати та прогнозувати розвиток фізико-хімічних процесів у певних термодинамічних системах.

Виконання студентами лабораторних робіт передбачає засвоєння теоретичного матеріалу, а також набуття навичок щодо проведення численних

фізико-хімічних аналізів, тому кожна лабораторна робота складається з короткої теоретичної частини, методики проведення експерименту, рекомендацій щодо оформлення результатів дослідів.

1 ОСНОВИ ЛАБОРАТОРНОГО ФІЗИКО-ХІМІЧНОГО ПРАКТИКУМУ

Практична робота № 1 Загальні вимоги. Техніка безпеки. Правила роботи у хімічній лабораторії

Під час роботи в хімічній лабораторії необхідно дотримуватися таких вимог:

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. Чітко дотримуватися порядку та послідовності проведення дослідів відповідно до методики.

3. Дотримуватись правил безпеки поведження в лабораторії.

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

5. Не скидати в каналізаційні мережі тверді осади, 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 (зокрема сухим) посудом.

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

Під час роботи з хімічними реактивами необхідно дотримуватися таких правил:

1. Для виконання експериментів використовувати реактиви в необхідних кількостях.

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 із підписами.
4. Надлишок реактиву, 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 дотримуватися правил техніки безпеки:

1. Не допускати дій, які могли б призвести до виникнення небезпеки для тих, хто працює, та тих, хто перебуває поряд.
2. Виконувати тільки досліди, передбачені планом роботи.
3. Реактиви, посуд та устаткування використовувати тільки відповідно до рекомендацій.
4. Унеможливити контакт хімічних реактивів зі шкірою та одягом.
5. Усі досліди з отруйними речовинами та речовинами з сильним і різким запахом проводити тільки у витяжній шафі при ввімкненій примусовій вентиляції.
6. Після завершення 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 винятком 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 зібраними та дисциплінованими.

Порушення правил техніки безпеки в лабораторії може призвести до порізу рук склом, опіків гарячими предметами, кислотами, лугами. До того ж 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 навкруг розчином йоду, перев'язати бинтом та заклеїти пластирем.

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 хімічного опіку очей необхідно ретельно промити очі водою та звернутися до лікаря.

Правила пожежної безпеки в лабораторії:

1. З вогненебезпечними реактивами працювати на відстані від вогню.

2. Нагріваючи пробірку на відкритому полум'ї, тримати її з нахилом від себе та інших людей. Полум'я повинно торкатися 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 із техніки безпеки.

Практична робота № 2 Хімічний посуд та прилади

Хімічний посуд, який застосовується в лабораторіях, можна розподілити на декілька груп. За матеріалом, із якого був виготовлений лабораторний посуд, він поділяється на такі групи: із простого скла, із спеціального скла, із кварцу, порцеляновий, металевий (держак, затискачі), пластмасовий (штативи) та ін. (рис. 1.1–1.4).



Рисунок 1.1 – Посуд, виготовлений зі скла



Рисунок 1.2 – Посуд, виготовлений із порцеляни



а



б



в



г

Рисунок 1.3 – Посуд, виготовлений із пластику:

а – пластикові циліндри; б – хімічні склянки; в – мірна колба; г – пробірки та наконечники



а



б



в



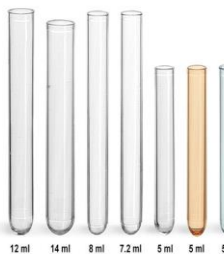
г

Рисунок 1.4 – Лабораторне приладдя, виготовлене з металу:

а – універсальний штатив із набором; б – шпателі; в – бюкси; г – затискач для пробірок

За призначенням посуд можна розділити на посуд загального, спеціального призначення та мірний.

До групи загального призначення належать ті предмети, які завжди повинні бути в лабораторії і без яких не можна провести більшість робіт. Такими є пробірки, лійки прості й ділильні, склянки, плоскодонні колби, кристалізатори, конічні колби, колби Бунзена, холодильники, реторти, колби для дистильованої води, трійники, крани тощо (рис. 1.5).



а



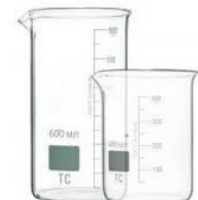
б



в



г



д

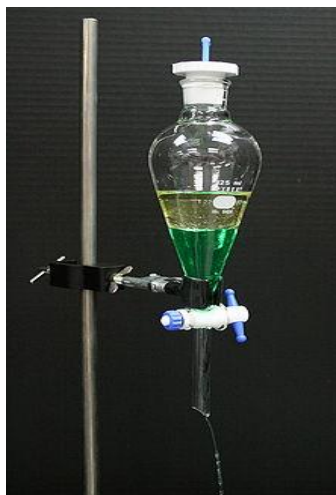
Рисунок 1.5 – Посуд загального призначення:

а – хімічні пробірки; б – лійки; в – плоскодонна колба; г – конічна колба; д – хімічні склянки

До групи спеціального призначення належать ті предмети, які вживають для одного аналізу, наприклад: апарат Кіпа, апарат Сокслета, колби К'єльдаля, дефлегматори, склянки Вульфа, склянки Тищенко, пікнометри, склянки Дрекслея, круглодонні колби, спеціальні холодильники тощо (рис.1.6).



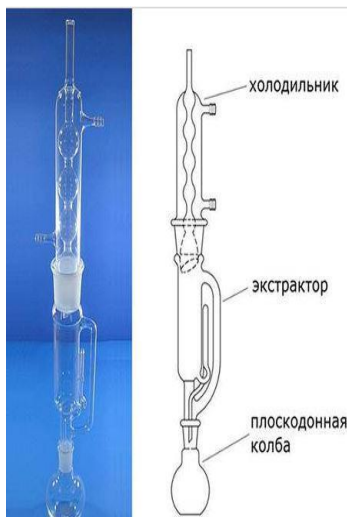
а



б



в



г



д



е

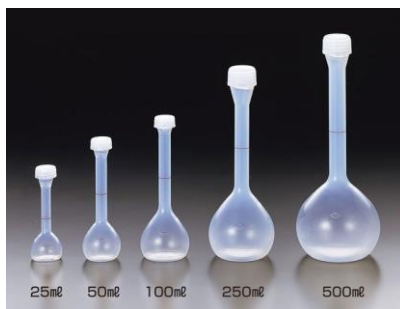
Рисунок 1.6 – Посуд спеціального призначення:

а – холодильник; б – ділильна лійка; в – склянка Вульфа; г – апарат Сокслета;
д – апарат Кіпа; е – ексикатори

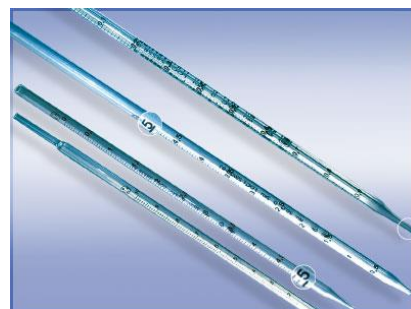
До мірного посуду належать мірні циліндри та мензурки, піпетки, бюретки і мірні колби (рис. 1.7).



а



б



в



г



д



є

Рисунок 1.7 – Мірний посуд:
а – мірні циліндри; б – мірні колби; в – піпетки; г – мірні пробірки; д – бюретка;
є – мірні хімічні склянки

На рисунках 1.8–1.13 зображені інші лабораторні прилади.



Рисунок 1.8 – Електричні плитки



Рисунок 1.9 – Електричні водяні бані



Рисунок 1.10 – Піщана баня



Рисунок 1.11 – Електричний колбонагрівач

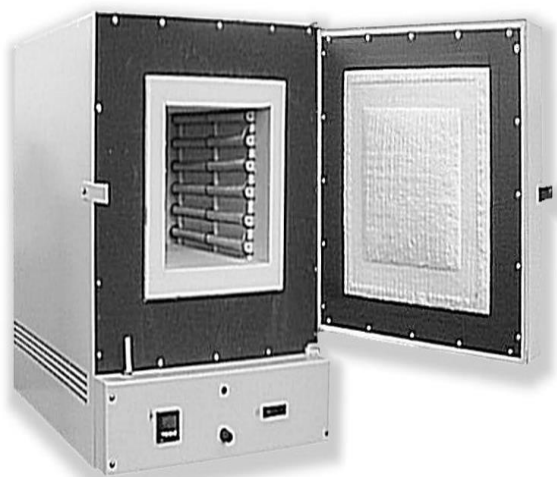


Рисунок 1.12 – Електрична муфельна піч



Рисунок 1.13 – Сушильна шафа

Основні прийоми роботи з хімічним посудом

Пробірки (з лат. «probation» – «випробування») – вузькі, циліндричної форми посудини із закругленим дном різної величини та діаметра, із різних видів скла. Пробірки використовуються для проведення мікрохімічних або демонстраційних дослідів. Під час нагрівання пробірку тримають за допомогою утримувача.

Колби. Колби використовують для дослідів із великими кількостями реагуючих речовин. Для нагрівання колб використовують сітки з азбесту. Іноді необхідні колби з притертими корками. Для проведення реакцій та перегонки рідин використовуються колби Вюрца, Клайзена, Арбузова та ін. Конічні колби Ерленмейера широко використовуються в аналітичних роботах (титрування). Для закривання колб використовують скло або скляну кришку. Колби Бунзена необхідні для фільтрування через вакуум-насос, тому їх виготовляють із

товстого скла.

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

Лійки слугують для переливання рідин, засипання порошків та для фільтрування. Вони можуть бути різного діаметру. Ділильні лійки використовують для розділення рідин, що не змішуються, наприклад води і олії. Крапельні лійки слугують для додавання в реакційну масу рідини невеликими порціями.

Мірний посуд. Циліндри, стакани, колби, мензурки – склянки з нанесеними на стінці поділками, які позначають об'єм у мілілітрах. Посуд може бути градуйованим, із поділками, а може мати тільки одну поділку, що позначає максимальний об'єм.

Кристалізатори – товстостінні скляні плоскодонні посудини різного діаметру та об'єму. Їх використовують для перекристалізації речовин та для випарювання на водяній бані.

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

Крапельниці – це склянки для рідин, де використовуються краплі.

Промивальниці. Слугують для промивання осадів дистильованою водою чи іншим розчином, для змивання осадів із фільтрів та промивання стінок посуду.

Піпетки (з франц. «pipette» – «крапельниця») слугують для точного вимірювання певного об'єму рідини або газу.

Холодильники – прилади, що використовуються для охолодження та конденсації парів. Холодильники, які призначені для збирання конденсату, називають прямими, а ті, у яких конденсат повертається до процесу, – оберненими.

Промивні склянки для газів використовуються під час аналізів газоподібних речовин. Вони можуть мати різні модифікації.

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

Водострумні скляні насоси використовують для пришвидшення 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 (з лат. «exsiccate» – «висушувати») – скляні товстостінні прилади, призначені для тривалого висушування та зберігання речовин, які легко поглинають вологу з повітря. Закриваються кришками зі змазаним вазеліном шліфом.

Бюкси використовуються для зважування на аналітичних вагах.

Порцеляновий посуд більш міцний, не боїться сильного нагрівання, але важкий та непрозорий.

Лабораторні нагрівальні прилади обираються з урахуванням необхідних операцій під час проведення аналізу, температури, особливостей нагрівання.

Устаткування. В аналітичних лабораторіях широко використовують різноманітне устаткування з металів і сплавів: пінцети для тримання невеликих предметів; утримувачі для пробірок; штативи, які використовують для кріплення на них різних приладів та посуду; штативи для пробірок; триноги як підставки для бань; тигельні щипці тощо.

Контрольні питання

1. Основні правила техніки безпеки при роботі у фізико-хімічній лабораторії.
2. Основні види класифікації лабораторного посуду.
3. Переваги та недоліки порцелянового посуду.
4. Основне лабораторне приладдя та його призначення.

2 ЕЛЕКТРОХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Практична роботи № 3 Визначення pH розчину з використанням скляного електрода методом прямої потенціометрії

Мета роботи: визначити pH та концентрацію іонів H^+ у розчинах з використанням скляного електрода методом прямої потенціометрії. Ознайомитися з методиками роботи вимірювальних приладів – стаціонарного pH -метра марки $pH-340$ та pH -метра портативного марки $SX 711$.

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 вимірювання потенціалу індикаторного електрода використовують другий електрод – *електрод порівняння*, потенціал якого є стабільним та не залежить від складу розчину, що аналізується. Електроди підмикають 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 (як індикаторний) та хлоридсрібний електрод (електрод порівняння). Скляний електрод належить до мембранних електродів та в розчинах з pH від 2 до 9 селективний до іонів H^+ . Будова електродів для pH метрів подана на рисунках 2.1–2.3.

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

$$E_{\text{ск.ел}} = \text{const} + \left(\frac{0,059}{z}\right) \cdot \lg C^+, \quad (2.1)$$

де const – стала для даного електрода;

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

C^+ – концентрація іонів H^+ у розчині.

Враховуючи, що pH та C^+ пов'язані рівнянням

$$pH = -\lg C_{H^+}, \quad C_{H^+} = 10^{-pH}, \quad (2.2)$$

$$E_{\text{ск.ел}} = \text{const} - \left(\frac{2,3RT}{F}\right) \cdot pH. \quad (2.3)$$

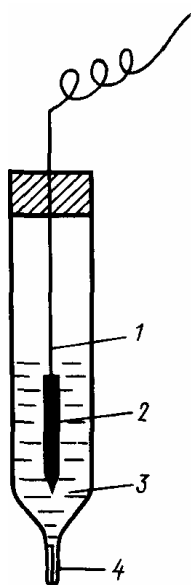


Рисунок 2.1 – Схема хлорсрібного електрода (електрод порівняння):

1 – срібний дріт; 2 – шар важкорозчинної солі $AgCl$; 3 – розчин KCl ; 4 – мікросцілина

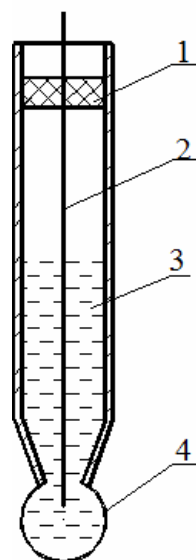


Рисунок 2.2 – Схема скляного електрода (вимірювальний електрод):

1 – корок; 2 – металевий електрод; 3 – буферний розчин; 4 – кулька зі спеціального скла

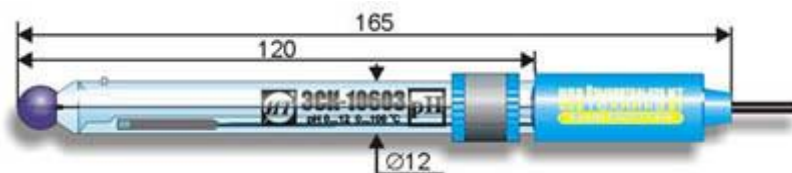


Рисунок 2.3 – Комбінований рН-електрод загального призначення ЕСК-10603 із вбудованим одноключовим електродом порівняння

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

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 $E - \lg C^+$, тобто $E - pH$ (рис. 2.4).

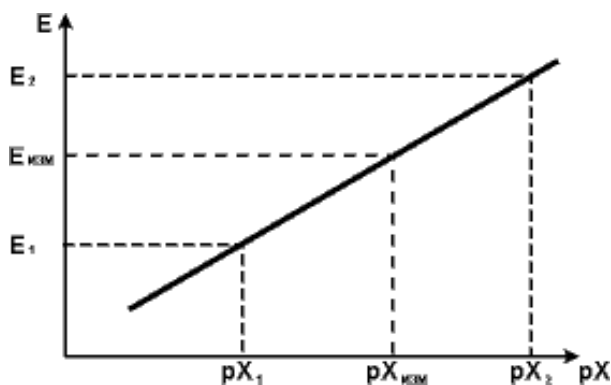


Рисунок 2.4 – Залежність E від pH буферних розчинів

В області малих та великих концентрацій спостерігається відхилення від лінійної залежності. Це відхилення визначає важливі характеристики індикаторного електрода (зокрема скляного): інтервал виконання функції (прямолінійний відрізок на графіку) та границю визначення мінімальної концентрації за допомогою цього 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 , у якому EPC ланцюга «скляний електрод – буферний розчин – хлоридсрібний електрод» лінійно залежить від pH буферного розчину і тангенс кута нахилу цієї прямої дорівнює $\theta_{експ}$ (рис. 2.4).

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 сталого функціонування

скляного електрода не можна допускати пересихання скляної кулі (мембрани) електрода. Скляні електроди зберігають у дистильованій воді. Робоча частина (скляна куля) дуже тонка і механічний вплив на неї неприпустимий.

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 см³, 150 см³*;
- стандартні буферні розчини з відомими значеннями *pH* (від *1,68* до *12*);
- розчин *HCl, 0,1 М*.

Порядок виконання роботи

Перед початком роботи необхідно ознайомитися з інструкціями щодо роботи з обома видами *pH*-метрів.

Під час роботи з вимірювачем *pH-340* підімкнути скляний та хлоридсрібний електроди до приладу, промити дистильованою водою та просушити фільтрувальним папером. У склянку ємністю *100* або *150 см³* налити *50–70 см³* буферного розчину з найменшим значенням *pH*, занурити в нього електроди та виміряти значення *ЕРС (Е)* 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 2.1 та 2.2.

Таблиця 2.1 – Результати вимірювань

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

На підставі отриманих даних побудувати градувальний графік у координатах $E - pH$, як це показано на рисунку 2.1. За графіком обчислити значення $\theta_{експ}$ та порівняти його з $\theta_{теор}$.

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

Таблиця 2.2 – Результати вимірювання

№ з/п	Значення EPC (E), мВ	Значення середнє EPC (E), мВ	Значення pH_x	Розрахована концентрація, C^+ , моль/л Н	Примітки

Таку саму роботу потрібно провести за допомогою приладу pH -метр портативний марки *SX 711*, дотримуючись усіх вимог інструкції.

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 зазначити точність вимірювань. Записати висновки.

Контрольні питання

1. Основні поняття про вимірювання pH .
2. Методи вимірювання pH .
3. Принцип дії та будова гальванічного перетворювача pH -метра.
4. Залежність EPC гальванічного перетворювача від pH та температури.
5. Іонометрія, сучасний стан та перспективи.

Практична робота № 4 Іонометричне визначення нітрат-іонів у ґрунтах та солях

Мета роботи: визначити вміст нітрат-іонів у ґрунтових зразках за допомогою методу іонометрії з використанням селективного електрода.

Метод визначення нітратів у ґрунті базується на їх вилученні з ґрунту 1 %-вим розчином алюмокалієвого галуна й наступним вимірюванням активності нітратів в одержаній суспензії за допомогою нітрат-селективного електрода. Такий метод є експресним і дозволяє визначати нітрати в широкому діапазоні їх вмісту від 2 мг/кг до 500 мг/кг ґрунту з точністю до 25 %. Визначенню нітрат-іонів не заважають хлориди (300 мг/дм³), сульфати, фосфати, карбонати та низка інших іонів. Заважають визначенню йодиди, тетрафторборати, перхлорати, однак їх вміст у ґрунтах та інших природних об'єктах значно менший, ніж вміст нітратів.

Обладнання та реактиви:

- алюмокалієві галуни – 1 %-вий розчин (10,00 г $KAl(SO_4)_2 \cdot 12H_2O$ ч.д.а. розчиняють у 990 мл дистильованої води); Калію нітрат (вихідний 0,1 М стандартний розчин KNO_3 готують розчиненням 1,0110 г попередньо висушеного при 100 –105 °С калій нітрату в 1 %-му розчині галуна в мірній колбі на 100 мл);
- робочі стандартні розчини (0,01; 0,001; 0,000 1; 0,000 01 М) KNO_3 готують шляхом послідовного розбавлення, починаючи з вихідного, 1 %-вим розчином галуна;
- іономір чи рН-метр (ЭВ-74, И-130 чи ін.);
- нітрат-селективний електрод;
- хлорсрібний електрод (електрод порівняння);
- магнітна мішалка або струшувач.

Порядок виконання роботи

20 г ґрунту вносять в стакан, доливають 50 мл 1 %-го розчину алюмокалієвих галунів і струшують протягом 30 хвилин. В одержаній суспензії

вимірюють активність нітрат-іонів шляхом вимірювання ЕРС електродної пари при перемішуванні. Вміст нітратів у пробі визначають за градуовальним графіком чи безпосередньо за показами приладу – значенням рС (у випадку попереднього калібрування приладу).

Для побудови градуовального графіку в координатах $E(\text{мВ}) = f(-\lg[\text{NO}_3^-])$ використовують стандартні розчини KNO_3 (0,1; 0,01; 0,001; 0,000 1; 0,000 01 М).

Розрахунки. Вміст нітратів у ґрунті, X , у мг N/кг, розраховують за рівнянням

$$X = \frac{C_{\text{NO}_3} \cdot 14 \cdot 2,5 \cdot 10^3}{1 - \left(\frac{\omega}{100}\right)} \quad (2.4)$$

Вміст нітратів у висушеному ґрунті розраховують за рівняннями

$$X = 10^{(5,19 - p\text{NO}_3)} \text{ мг N /кг} \quad \text{та} \quad X = 10^{(4,54 - p\text{NO}_3)} \text{ мг NO}_3^- \text{ /кг,}$$

де X – концентрація нітрату у витяжці, моль/л;

$$p\text{NO}_3 = -\lg \cdot C_{\text{NO}_3};$$

14 – атомна маса Нітрогену;

ω – вологість взятого для аналізу ґрунту, %, яка встановлюється попередньо, шляхом висушування точного наважування ґрунту при $T = 105 - 110$ °С до постійної маси і розраховується за рівнянням

$$\omega = \frac{(m_1 - m_0) \cdot 100}{(m_0 - m)} \%, \quad (2.5)$$

де m – маса порожнього стакану;

m_0 – маса стакану з висушеним при 105–110 °С ґрунтом;

m_1 – маса стакану з вологим ґрунтом.

Контрольні питання

1. Які електроди називають електродами порівняння і індикаторними електродами? Поясніть будову каломельного та хлоридсрібного електродів.

2. Яку величину називають стандартним (нормальним) окисно-відновним потенціалом?

3. На якому принципі базується потенціометричний метод аналізу?

4. Які види потенціометрії використовуються в аналізі і на чому вони базуються?

5. Які індикаторні електроди застосовують у потенціометричному кислотно-основному, окисно-відновному титруванні?

3 ОПТИЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Лабораторна робота № 1 Фотоколориметричний аналіз забарвлених речовин за власним поглинанням

Мета роботи: визначити концентрацію дихромат-іонів $Cr_2O_7^{2-}$ у досліджуваному розчині фотоколориметричним методом з використанням градуювального графіка. Ознайомитися з основними етапами проведення аналізу за допомогою мікроколориметра МКМФ-02.

Фотоколориметричний аналіз застосовують тільки щодо забарвлених розчинів. *Фотоколориметрія* – це один із фотометричних методів дослідження, що базується 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 слугує аналітичним сигналом у цьому методі. Величина оптичної густини залежить від молярної концентрації забарвлених іонів у розчині (C) відповідно до закону Бугера – Ламберта – Бера:

$$A = \varepsilon \cdot l \cdot c, \quad (3.1)$$

де ε – молярний коефіцієнт;

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 використовують методи градуювального графіка, стандартів та добавок.

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

Обладнання та хімічні реактиви:

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

Порядок виконання роботи

1. Перед початком роботи ознайомитися з інструкцією щодо роботи з мікроколориметром МКМФ-02. Визначення градуювальної залежності $Cr_2O_7^{2-}$.
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.
3. Додати в кожену колбу по 5 см^3 сульфатної кислоти, довести об'єм до мітки дистильованою водою та перемішати.
4. Виміряти оптичну густину розчину в кюветах з $l = 1 \text{ см}$ при $\lambda = 430 \text{ нм}$ відносно дистильованої води на приладі МКМФ-02.

5. Дані вимірювань занести в таблицю 3.1.

6. За отриманими даними побудувати графік лінійної залежності в координатах «концентрація іонів Cr_2O^{2-} (вісь абсцис) – оптична густина (вісь ординат).

7. Визначення концентрації Cr_2O^{2-} у невідомому розчині проводять з використанням градуовального графіка.

8. Мірною піпеткою помістити в колбу 10 см^3 або 20 см^3 досліджуваної проби, додати сульфатну кислоту та довести об'єм до мітки дистильованою водою. Виміряти оптичну густину отриманого розчину таким 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.

Таблиця 3.1 – Результати визначення

№ з /п	$V(K_2Cr_2O_7), \text{ см}^3$	$C(K_2Cr_2O_7), \text{ моль/л}$	A_{430}	$\epsilon_{430} = A/c \cdot l$
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	$3,0 \cdot 10^{-3}$		

Обробка результатів

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Контрольні питання

1. Як ще називають оптичну густину? Чому вона дорівнює?
2. Як оптична густина залежить від концентрації речовини та товщини поглинаючого шару розчину?
3. Як зображують графічно спектр поглинання?

4. Які речовини краще поглинають світло – інтенсивно забарвлені чи слабо забарвлені?

5. Для чого проводять фотометричні реакції?

6. Які прилади використовують для вимірювання світлопоглинання? Чим вони відрізняються?

Лабораторна робота № 2 Визначення азоту амонійного

Мета роботи: визначити концентрацію $N-NH_4$ у пробах природних і стічних вод.

Визначення базується на взаємодії іона амонію з реактивом Неслера, у результаті чого утвориться йодистий меркурамоній жовтого кольору.

Обладнання та хімічні реактиви:

- фотоелектроколориметр із синім світлофільтром;
- реактив Неслера: 7,5 г йодистого калію (KI^-) розтирають у ступці з 3 см³ дистильовані води, додають 10,5 г двойодистої ртуті і знову розтирають до розчинення, додають 300 см³ 15 %-го розчину їдкового калію, перемішують і відстоюють протягом доби;

- сегнетова сіль: 250 г сегнетової солі ($KNa_4H_4O_6 \cdot 4H_2O$) розтирають у ступці, розчиняють при нагріванні у воді і доводять до 1 дм³, потім додають 25 см³ реактиву Неслера і відстоюють протягом доби;

- калібрована крива.

Порядок виконання роботи

1. Якщо досліджувана рідина містить сірководень, то застосовують ацетат свинцю чи сульфат цинку, додаючи його перед додаванням лугу. Здебільшого сульфат цинку дає краще прояснювання, ніж ацетат свинцю.

2. Після відстоювання осад фільтрують через паперовий фільтр (при вмісті аміаку менше ніж 3 мг/дм³ фільтрування не рекомендується) і відразу ж приступають до визначення, оскільки в разі, якщо фільтрат постоїть, спотворяться результати аналізу.

3. Невеликий об'єм (5 см³) фільтрату залежно від очікуваної концентрації розміщують у колбі на 50 см³ і доводять до мітки бідистилятом чи безаміачною водою. Додають 1 см³ розчину сегнетової солі і 1 см³ реактиву Неслера, після ретельного перемішування через 10 хв вимірюють на ФЕКу. Отриманий розчин має бути прозорим. При мутних пробах операцію треба повторити, узявши трохи більше сегнетової солі і вливаючи реактив Неслера краплями при постійному перемішуванні.

Обробка результатів

Концентрація амонійного азоту X, мг/дм³

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}, \quad (3.2)$$

де C – концентрація амонійного азоту, визначена за каліброваною кривою, мг/дм³;

V – обсяг проби, узятої для визначення, см³.

Результати округлюють до десятих часток міліграма в області до 10 мг/дм³ і до міліграма в області до 100 мг/дм³.

Контрольні питання

1. Як вплине забруднення природних водойм господарсько-побутовими стоками із вмістом амонійного азоту?
2. Який колір має продукт кількісного визначення NH₄⁺ і за допомогою якого світлофільтра вимірюють його оптичну густину?
3. Як відбувається самоочищення природних водойм від NH₄⁺?

Лабораторна робота № 3 Визначення нафтопродуктів у воді методом екстракції

Мета роботи: визначити концентрацію нафтопродуктів у досліджуваному водному розчині рефрактометричним методом із використанням екстракції гексаном.

Екстракція в перекладі з латини означає «вивільнення», «витяжка». Цей

прийом використовується для переведення досліджуваної речовини з великого об'єму розчинника в інший розчинник, об'єм якого є меншим. Зазвичай 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 речовину під час екстракції. В цьому разі 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- й високомолекулярних органічних сполук: аліфатичних та ароматичних вуглеводнів; ненасичених гетероциклічних сполук; смол; асфальтенів тощо.

Усі вуглеводні слабозчинні у воді. Змішуючись із водою, нафта утворює емульсії двох типів: прямі – «нафта у воді» та зворотні – «вода в нафті».

Головні джерела нафтопродуктів, які забруднюють водоймища – промислові, міські стічні води, а також змиви з автомобільних доріг.

Промислові стічні води, що містять нафту, утворюють на поверхні водойм плівку з нафтових емульсій, яка неприємна на вигляд, перешкоджає поглинанню кисню з повітря, а отже, уповільнює процес реаерації. Нафтова плівка знижує інтенсивність фотосинтетичних процесів у водоймищах, уповільнює мінералізацію органічної речовини, змінює сольовий склад води. Присутність нафти та нафтопродуктів змінює колір води, рН, додає їй специфічного смаку та запаху, а головне, – впливає на організми, які живуть у ній. Токсичність нафти та її компонентів впливає на довкілля навіть у невеликих концентраціях.

Нафтопродукти поширюються у вигляді аерозолів на ґрунтові біоценози, накопичуються в організмах наземних рослин, а також в організмах тварин та мікроорганізмів ґрунтового пласта. Проникнення нафтопродуктів у землю

(наприклад, відходи нафтопереробних заводів, які неможна переробити чи очистити) небезпечне для навколишніх ґрунтових вод та навколишніх районів.

Обладнання та хімічні реактиви:

- круглодонні колби;
- ділильна лійка;
- букси;
- холодильник для перегонки;
- хлороформ;
- гексан;
- хлористоводнева кислота;
- колонка з активованого окису алюмінію (невелику трубку близько

10 см завдовжки і діаметром 1 см із нижнім кінцем, відтягнутим до діаметра 1 мм, розміщують шаром в 1 см скляну вату, потім 6 г окису алюмінію марки «для хроматографії» (для кожного аналізу застосовують свіжу порцію окису алюмінію), далі знову тонкий шар скляної вати).

Порядок виконання роботи

1. Аналізовану воду (3–3,5 л) розміщують у круглодонній колбі або широкогорляній склянці, підкислюють хлористоводневою кислотою так, щоб рН води став менше 5.

2. Доливають 150 мл хлороформу (або чотирихлористого вуглецю), занурюють змішувач на глибину близько 50 мм вище прикордонного шару і перемішують протягом 10–15 хвилин.

3. Екстракцію проводять спочатку хлороформом, потім замінюють хлороформ гексаном. Безпосереднє екстрагування гексаном призводить до занижених результатів (помилка може сягати 30 %), якщо аналізована вода містить зважені частки.

4. Переносять більшу частину водного шару в іншу посудину такої ж ємності, а решту (водний шар, що залишився, і шар хлороформу) переливають у ділильну лійку ємністю 500–700 мл.

5. Залишають на 15 хв, зливають нижній хлороформний шар у

конічну колбу ємністю 500 мл, намагаючись не захопити при цьому ні води, ні проміжного шару емульсії.

6. Переливають водний розчин із другої ємності знову до першої, туди ж наливають водний шар (з емульсією), що залишився в ділильній лійці, додають другу порцію хлороформу – 150 мл і знову перемішують мішалкою протягом 10–15 хвилин.

7. Зливають, як і раніше, більшу частину водного шару, залишок переносять у ту саму ділильну лійку і настоюють близько 15 хвилин. Отриманий екстракт приєднують до першого (намагаючись, як і раніше, не захопити водного шару).

8. Невеликою кількістю хлороформу (близько 50 мл) обмивають стінки ємності, у якій містилася проба до екстракції, переносять її до ділильної лійки, збовтують, залишають на деякий час, виливають шар хлороформу в колбу і відділяють хлороформом. Приєднавши колбу до холодильника, розміщують її в киплячу водяну баню або ставлять на закриту гарячу плитку. Коли в колбі залишиться 10–20 мл хлороформного розчину, нагрівання припиняють, охолонути колбі і розбирають прилад.

9. Залишки хлороформу видаляють за кімнатної температури. Невеликий попередньо зважений бюкс розміщують у витяжній шафі на відстані 25–35 см від кімнатного вентилятора. Бюкс наповнюють на його рівні отриманим екстрактом і вмикають вентилятор. У міру випаровування хлороформу підливають екстракт у бюкс доти, доки він повністю не буде таким способом перенесений.

10. Колбу, де був екстракт, обмивають декількома невеликими порціями хлороформу, переносячи їх у той самий бюкс.

11. Коли у бюксі залишиться менше 0,3 мл хлороформу (на що зазвичай потрібно 30–40 хв), вимикають вентилятор і продовжують випаровування на повітрі, зважуючи бюкс, закритий кришкою кожні 1–2 хвилини.

12. Результати зважування відображають на графіку. З'єднують

отримані точки і за кінцевий результат приймають той, який відповідає точці перелому на кривій, що утворилася.

13. Різниця між масою бюкса із залишком після видалення хлороформу і масою порожнього бюкса показує загальний вміст речовин, що екстрагуються хлороформом.

14. Залишок після відгону хлороформу обробляють 1–2 мл сухого і чистого гексану і переносять розчин або суспензію в колонку з оксидом алюмінію, під яку підставляють маленьку колбу.

15. Бюкс, у якому залишок залишився після відгону хлороформу, кілька разів промивають маленькими порціями гексану, переносять кожну порцію на колонку з оксидом алюмінію. Після цього промивають колонку ще декількома порціями гексану, збираючи в ту саму колбу. Не можна допускати, щоб рівень гексану в колонці опускався нижче верхньої межі шару окису алюмінію.

16. Отримавши таким способом розчин нафтопродуктів у гексані, звільнений від домішки полярних сполук, видаляють гексан, випаровуючи його в бюксі при кімнатній температурі за допомогою вентилятора так само, як і хлороформ.

Обробка результатів

Різниця між масою бюкса із залишком після видалення розчинника та масою порожнього бюкса показує вміст нафтопродуктів у взятому для аналізу обсязі проби.

Різниця між загальною кількістю екстрагованих хлороформом речовин і кількістю нафтопродуктів дорівнює вмісту інших речовин, що екстрагуються цим розчинником – нерозчинних у гексані і полярних, включаючи нафтові кислоти і феноли.

Концентрацію нафтопродуктів у воді розрахувати за формулою

$$C_x = \frac{m_x \cdot 1000}{V}, \quad (3.3)$$

де m_x – маса нафтопродуктів у досліджуваній пробі води, мг;

V – об'єм досліджуваної проби, $см^3$.

Оформлення результатів роботи

Результати розрахунків записати в лабораторний журнал, сформулювати висновок.

Контрольні питання

1. Що називається екстракцією і коефіцієнтом розподілу?
2. Назвіть склад сирової нафти і визначіть поняття «нафтопродукти» і «мінеральне масло». Наведіть загальні формули вуглеводнів, що входять у склад мінеральних масел.
3. Поясніть зв'язок показника заломлення з походженням і концентрацією речовини.
4. Назвіть переваги рефрактометричного методу.

Лабораторна робота №4 Розділення суміші речовин за допомогою тонкошарової хроматографії

Мета: оволодіти методом тонкошарової хроматографії як одним із методів хроматографічного аналізу на прикладі розділення суміші органічних речовин.

Хроматографія – фізико-хімічний метод аналізу та розділення сумішей речовин, що базується на їхньому різному розподілі між двома фазами, одна з яких нерухома (тверде тіло або рідина), а інша – рухома (газ або рідина), яка при цьому фільтрується крізь нерухому. Хроматографічні методики застосовують переважно для визначення газоподібних неорганічних сполук, легких органічних речовин та деяких катіонів металів, аніонів і нелетких органічних сполук, для водоочищення та зниження твердості води.

Тонкошарова хроматографія базується на використанні як нерухомої фази тонкого шару адсорбенту, нанесеного на хроматографічну платівку з інертного матеріалу (скло, алюмінієва фольга).

Методи хроматографії дають змогу розділити і виділити з сумішей в

чистому вигляді різні речовини, близькі за складом.

У звичайному варіанті тонкошарова хроматографія становить твердорідинну адсорбційну хроматографію, у якій замість заповненої адсорбентом колонки використовують пластинки з поверхнею, вкритою тонким шаром адсорбенту.

У наш час хроматографія на тонкому шарі – один із найпростіших, дешевих і ефективних методів поділу важколетких компонентів складних органічних сумішей. Цей метод широко використовується для якісного і напівкількісного експресного контролю промислових процесів органічного синтезу, у багатьох лабораторіях при проведенні наукових досліджень хімії природних сполук, фармакології, діагностиці тощо.

На відміну від колонної рідинно-адсорбційної хроматографії, у тонкошаровій хроматографії не отримують певного об'єму елюата, який включає компоненти досліджуваних речовин, а закінчують хроматографічний процес розподілу, залишаючи поділені речовини в шарі адсорбенту. На пластинку з тонким шаром адсорбенту (нерухома фаза) на певному місці («стартова лінія») наносять проби речовин і їх сумішей (рис. 3.1). Потім пластинку нижче стартової лінії занурюють у неполярний леткий розчинник (рухома фаза). Розчинник повинен бути неполярним, щоб зменшити розмив плями в точці нанесення зразка. Він також повинен мати низьку температуру кипіння, щоб до початку проявлення розчинник швидко випаровувався. У міру пересування розчинника по пластинці відбувається багаторазовий процес адсорбції і десорбції досліджуваних речовин, унаслідок чого вони розділяються. Відмітивши межу підйому розчинника (лінію фронту), пластинку висушують і визначають досліджувані речовини.

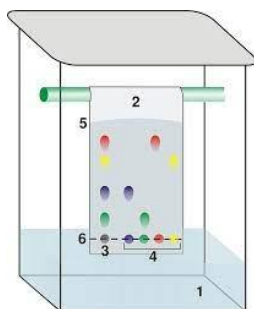


Рисунок 3.1 – Принципова схема розділення суміші речовин методом тонкошарової хроматографії:

1 – рухома фаза; 2 – пластинка з тонким шаром адсорбенту; 3 – суміш речовин; 4 – індивідуальні речовини; 5 – фронт розчинника; 6 – лінія старту

Положення плям розділених речовин у тонкошаровій хроматографії описують константою R_f , яка характеризує положення речовини на хроматограмі (фактор запізнення або рухомості):

$$R_f = \frac{\text{відстань, яку пройшла речовина від точки старту}}{\text{відстань, яку пройшла рухома фаза від точки старту}} . \quad (3.4)$$

Відповідно, R_f адсорбованих речовин менше одиниці.

Константа R_f розчиненої речовини співвідноситься з коефіцієнтом адсорбції $K_{\text{адс}}$ відповідно до рівняння

$$R_f = \frac{l}{1 + \left(\frac{S_n}{S_p}\right) K_{\text{адс}}} , \quad (3.5)$$

де S_n та S_p відповідають кількості нерухокої фази (адсорбенту) і рухокої фази.

До того ж беруть до уваги, що співвідношення S_n / S_p постійне по всій довжині пластинки, рухома фаза має однаковий склад і рухається тільки внаслідок капілярних сил, тобто адсорбції парів розчинника на нерухокій фазі.

Інший метод використовує положення плями відносно одночасно хроматографованої речовини порівняння X («свідка»). Положення плями тоді визначають рівнянням

$$R_x = \frac{R_f}{R_{\text{фсв}}} . \quad (3.6)$$

На відміну від R_f , значення R_x може бути більше одиниці.

Фази в тонкошаровій хроматографії. Для ефективного розділення сумішей речовин велике значення має вибір адсорбенту (його якість та активність). Адсорбенти отримують у вигляді частинок діаметром 1–40 мкм. До їх складу можуть входити добавки в'язучих речовин (5–20 % гіпсу або 2–5 % крохмалю), які додають для отримання однорідного міцного шару, а також добавки флуоресцентного індикатора (наприклад силікату цинку) для визначення речовин, які гасять флуоресценцію при опроміненні ультрафіолетовим світлом.

Обладнання та реактиви:

- ексикатор;
- камери для хроматографування;
- пластинки «Silufol»;
- скляні капіляри;
- суміші вуглеводів;
- розчинник (бутанол/ацетон/вода – 2:7:2);
- розчинник (бутанол/ацетон/вода – 4:5:1).

Порядок виконання

1. На відстані 1,5–2 см від нижнього краю пластинки нанести лінію старту за допомогою гострого предмета (простий олівець), стартові крапки та лінію фінішу розчинника на відстані 10 см від лінії старту (рис. 3.2). Стартові крапки повинні розміщуватися чітко на одній прямій на відстані 2 см одна від одної.

2. На попередньо підготовлену пластинку нанести окремими краплями досліджувану суміш (суміш барвників чи вуглеводів) та зразки стандартних речовин (свідки). Діаметр плями не повинен перевищувати 3–5 мм. Хроматографічну пластинку розмістити в хроматографічній камері (рис. 3.3) так, щоб нижній край пластинки був занурений у розчинник.

3. Після того як фронт розчинника досягне лінії фінішу, вийняти пластинку з камери та висушити її. Якщо пластинка має незакріплений шар

адсорбенту і якщо плями безбарвні, то проявити хроматограму в парах йоду. Якщо пластинка має закріплений шар і плями безбарвні, то хроматограму проявити в парах йоду або обприскуючи проявником (для вуглеводів – амонійний розчин аргентум нітрату).

4. Олівцем відмітити плями на хроматограмі, виміряти довжину пробігу плям (l) і визначити R_f :

$$R_f = \frac{l(\text{плями})}{10}. \quad (3.7)$$

5. Порівнюючи R_f плям суміші з R_f плям свідків визначити склад суміші барвників та вуглеводів.

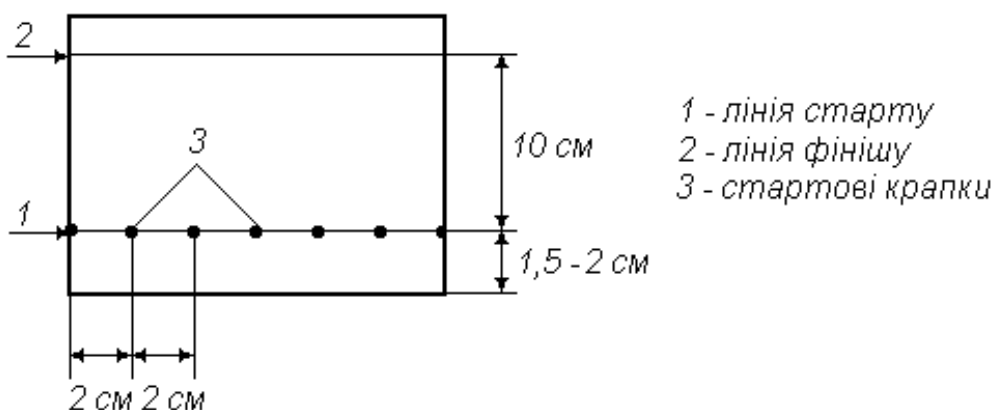


Рисунок 3.2 – Підготовлена пластинка до тонкошарової хроматографії

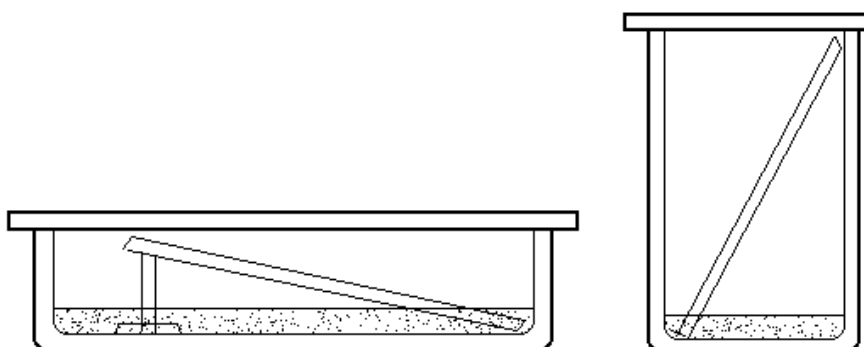


Рисунок 3.3 – Хроматографічна камера з пластиною.

Контрольні питання

1. Розглянути класифікацію хроматографічних методів аналізу.
2. Засвоїти суть хроматографії.
3. Засвоїти методику виготовлення пластинок для тонкошарової хроматографії та наповнення хроматографічних колонок адсорбентом.

СПИСОК РЕКОМЕНДОВАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. Габ А. І. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу : підручник / А. І. Габ, Д. Б. Шахнін, В. В. Малишев ; за ред. А. І. Габ. – Київ : Університет «Україна», 2018. – 396 с.
2. Інструментальні методи аналізу: практикум з аналітичної хімії / Я. І. Студеняк, О. Г. Воронич, О. Ю. Сухарева, М. В. Фершал, Я. Р. Базель. – Ужгород, 2014. – 129 с.
3. Сіренко Г. О. Лабораторний практикум з фізичної хімії. Хімічна термодинаміка : навч.-метод. посіб. / Г. О. Сіренко, М. Б. Складанюк. – Івано-Франківськ : Прикарп. нац. ун-т ім. В. Стефаника, 2018. – 101 с.
4. Аналітична хімія. Кількісний аналіз : практикум для студентів ф-ту хімії та фармації / О. М. Чеботарьов, С. В. Топоров, О. М. Гузенко, Р. Є. Хома, Д. В. Снігур. – Одеса : Одес. нац. ун-т ім. І. І. Мечникова, 2019. – 80 с.

Електронне навчальне видання

Методичні рекомендації
до проведення практичних та лабораторних занять
із навчальної дисципліни

**«ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ ЗАБРУДНЕННЯ РЕЧОВИН ТА
САНІТАРНО-ХІМІЧНИЙ АНАЛІЗ»**

*(для здобувачів першого (бакалаврського) рівня вищої освіти денної форми
навчання зі спеціальності 101 – Екологія, освітньо-професійна програма
«Екологія»)*

Укладачі: **ЮРЧЕНКО** Валентина Олександрівна,
МЕЛЬНІКОВА Оксана Григорівна

Відповідальний за випуск *Т. В. Дмитренко*
За авторською редакцією
Комп'ютерне верстання *О. Г. Мельнікова*

План 2023, поз. 58М

Підп. до друку 15.11.2023. Формат 60 × 84/16.
Ум. друк. арк. 2,3.

Видавець і виготовлювач:
Харківський національний університет
міського господарства імені О. М. Бекетова,
вул. Маршала Бажанова, 17, Харків, 61002.
Електронна адреса: office@kname.edu.ua
Свідоцтво суб'єкта видавничої справи:
ДК № 5328 від 11.04.2017.