

**Міністерство освіти і науки України
НАЦІОНАЛЬНИЙ ТЕХНІЧНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
«ДНІПРОВСЬКА ПОЛІТЕХНІКА»**

ФАКУЛЬТЕТ ПРИРОДОКОРИСТУВАННЯ І ТЕХНОЛОГІЙ
Кафедра хімії

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Методичні рекомендації
до виконання лабораторних робіт за темою
«Інструментальні методи аналізу»
з дисципліни студентами спеціальностей
161 «Хімічні технології та інженерія»
та 132 «Матеріалознавство».

Дніпро
НТУ
2020

Светкіна О.Ю.

Фізико-хімічні методи аналізу. Методичні рекомендації до виконання лабораторної робіт за темою «Інструментальні методи аналізу» з дисципліни студентами спеціальностей 161 «Хімічні технології та інженерія» та 132 «Матеріалознавство». Упоряд.: О.Ю. Светкіна, О.Б. Нетяга, Г.В. Тарасова. – Д.: НТУ «Дніпровська політехніка», 2020. – 30 с.

Упорядники:

О.Ю. Светкіна, проф. (Передмова. Розділ 3);

О.Б. Нетяга, ст. викл. (Розділ 1, 4);

Г.В. Тарасова, асистент (Розділ 2, 3).

Затверджено науково-методичною комісією спеціальності 132 Матеріалознавство (протокол № 5 від 07.09 2020 р.) та науково-методичною комісією зі спеціальності 161 Хімічні технології та інженерія (протокол № 2 від 29.10 2020 р.) за поданням кафедри хімії (протокол № 1 від 31.08. 2020 р.).

Методичні матеріали покликані допомогти студентам у виконанні лабораторної робіт за темою «Інструментальні методи аналізу» з дисципліни «Фізико-хімічні методи аналізу». Рекомендації відповідають вимогам освітньо-кваліфікаційної програми підготовки бакалавра спеціальностей 161 «Хімічні технології та інженерія» та 132 «Матеріалознавство».

Відповідальний за випуск завідувач кафедри хімії, проф. О.Ю. Светкіна

Інструментальні методи аналізу

Передмова

Для визначення вмісту будь-якого компонента в досліджуваній речовині обирають оптимальний для того чи іншого випадку метод аналізу. Вибір залежить від концентрації та хімічних властивостей компонента, який визначають, від характеру роботи (окремий аналіз або серія дослідів), від необхідної точності аналізу.

Методи аналізу поділяються на **хімічні**, **фізико-хімічні** та **фізичні** залежно від того, який тип досліджень при цьому переважає – хімічні реакції чи фізичні процеси. Фізико-хімічні та фізичні методи об'єднують під назвою інструментальних, тому що вони зазвичай передбачають застосування приладів та вимірювальних інструментів.

Для проведення аналізу фізико-хімічним методом використовують найбільш характерні властивості речовин, утворених унаслідок хіміко-аналітичних реакцій, серед яких, наприклад, світлопоглинання забарвлених сполук. Завдяки таким властивостям можна отримати сигнали від фізичного приладу, за якими виявляють та вимірюють концентрацію певної речовини.

Зазвичай такий сигнал речовини виникає на тлі інших компонентів досліджуваної суміші. Отже, беруть до уваги сумарний сигнал: $X + X_{\phi}$, де X – сигнал речовини, наявність якої визначають; X_{ϕ} – сигнал фону, який іде від усіх супутніх речовин.

Під час роботи приладів спостерігаються шуми, тобто сигнали, породжувані самим приладом (перешкоди). Ці шуми здатні посилювати сигнал, який іде від фону. Щоб обчислити величину сигналу X , проводять «**холостий**» дослід, скориставшись розчином порівняння (фоновим розчином), який містить усі компоненти, крім аналізованої речовини. Сигнал X обчислюють за такою формулою:

$$X = (X + X_{\phi}) - X_{\phi}.$$

До інструментальних методів аналізу відносять оптичні, електрохімічні, радіометричні, хроматографічні, мас-спектрометричні та ін.

Оптичні методи мають у своїй основі вимірювання **світлопоглинання** сполук. Це фотоколориметрія, спектрофотометрія, абсорбційна спектроскопія або **світловипромінювання**, або спектральний аналіз, який передбачає вивчення спектрів, що випромінюються аналізованою речовиною під впливомм полум'я, електричної дуги або іскри.

Електрохімічні методи. До цієї групи методів відносять кондуктометрію (вимірювання електропровідності розчинів), потенціометрію (визначення ЕРС гальванічного елемента), полярографію (вивчення залежності сили струму, який проходить через розчин, від зміни напруги), електроваговий аналіз (визначення маси речовини, виділеної на електроді під впливом електролізу розчину) та ін.

Радіометричні методи включають активаційний аналіз, радіометричне титрування, метод ізотопного розбавлення. Вони базуються на вимірюванні радіоактивності аналізованої речовини.

Хроматографічні методи мають у своїй основі явище адсорбції. Хроматографія характерна можливістю здійснювати розділення речовин. У кількісному аналізі використовують методи сорбційної, осадкової та розподільної хроматографії, кожен з них у свою чергу поділяється на ряд окремих методів аналізу.

Мас-спектрометричний аналіз базується на здатності газоподібних іонів розділятися у магнітному полі, що зумовлено відношенням величин m/e , де m – маса іона, e – заряд іона. Іонізація молекул у газі відбувається під дією потоку електронів.

Беручи до уваги величину відношення m/e визначають масове число іона, а, враховуючи інтенсивність відповідного сигналу, обчислюють концентрацію іонів у речовині.

Фізико-хімічні методи мають більш високу порівняно з класичними методами чутливість, тому в практиці їх застосування, як правило, обмежуються незначною кількістю аналізованої речовини, а вміст шуканого елемента в зразку може бути надзвичайно малим.

Завдяки високій вибірковості інструментальних методів у багатьох випадках відпадає необхідність відділяти шуканий компонент від інших складових частин аналізованої речовини.

Кожен окремий аналіз при застосуванні інструментального методу проводиться досить швидко (протягом кількох хвилин), у той час як гравіметричний аналіз триває кілька годин. Таким чином, інструментальні методи аналізу відзначаються експресивністю, вибірковістю та високою чутливістю. Застосування цих методів дає можливість автоматизувати аналітичні дослідження і тому вони набули поширення як засіб контролю виробничих процесів.

Інструментальні методи аналізу в цілому забезпечують не дуже високу точність результатів, похибка становить $\pm 5\%$. Набагато більшу точність показують хімічні методи (особливо гравіметрія), і тому їх використовують для

перевірки та калібрування приладів для виконання аналізу інструментальними методами.

ПОТЕНЦІОМЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Теоретичні положення

В основі потенціометричного методу лежить залежність величини рівноважного електродного потенціалу від активності потенціалвизначальних іонів у розчині. Ця залежність виражається рівнянням Нернста, тобто

$$\varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0} = \varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0}^0 + \frac{0,059}{n} \lg a(\text{Me}^{n+}),$$

де $a(\text{Me}^{n+})$ – активність іонів металу в розчині, моль/л; $\varphi_{\text{Me}^{n+}/\text{Me}^0}^0$ – стандартний електродний потенціал, В.У

Вимірювання потенціалу окремого електрода практично неможливе, тому вимірюють ЕРС гальванічного елемента, який складається з індикаторного електрода й електрода порівняння, занурених в аналізований розчин.

Електрод, потенціал якого залежить від концентрації іонів, які перебувають у розчині, називається **індикаторним**.

Електрод, потенціал якого не залежить від складу аналізованого розчину, і тому має постійне значення, називають **електродом порівняння**.

Вимірювання величини ЕРС гальванічного елемента (різниці потенціалів катода φ_K й анода φ_A), тобто

$$E_{PC} = \varphi_K - \varphi_A,$$

дає можливість обчислити потенціал індикаторного електрода, беручи до уваги сталу величину потенціалу електрода порівняння, взяту з довідкової літератури.

Індикаторними в потенціометрії найчастіше слугують електроди **першого роду та індиферентні електроди**.

Метал, занурений у розчин солі того самого металу, відносять до **електродів першого роду**.

Індиферентним називають платиновий або золотий електрод, занурений у розчин, котрий містить будь-яку окисно-відновну систему. Потенціал такого електрода залежить від природи окисно-відновної системи, а також від співвідношення активностей її окисненої (*Ox*) та відновленої (*Red*) форм.

Рівняння Нернста, яке описує цей випадок, ($T = 298 \text{ K}$), має такий вигляд:

$$\varphi = \varphi^0 + \frac{0,059}{n} \lg \frac{a(Ox)}{a(Red)},$$

де φ – рівноважний електродний потенціал окисно-відновної системи, В; φ^0 – стандартний електродний потенціал окисно-відновної системи, В; n – кількість електронів, прийнятих окисненою формою системи при переході до відновленої; $a(Ox)$ – активність окисненої форми системи, моль / л; $a(Red)$ – активність відновленої форми системи, моль / л.

Потенціали будь-яких електродів вимірюють відносно стандартного водневого електрода, потенціал якого умовно вважають рівним нулю. Разом з тим, використовувати стандартний водневий електрод як електрод порівняння незручно, бо через нього необхідно пропускати струм газоподібного водню під певним тиском. З цієї причини в потенціометрії найчастіше електродами порівняння слугують **каломельний і хлоросрібний**, потенціали яких по відношенню до стандартного водневого електрода точно відомі. Їх відносять до **електродів другого роду**.

Електрод другого роду являє собою метал, який перебуває в контакті з важкорозчинною сіллю того самого металу, занурений в розчин, що містить аніони, однойменні важкорозчинній солі.

Для прикладу розглянемо хлоросрібний електрод (рис.1).

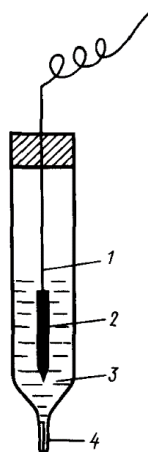
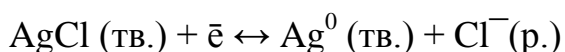


Рис. 1 Схема хлоросрібного електрода:

1 – срібний дрот; 2 – шар важкорозчинної солі $AgCl$;

3 – розчин KCl ; 4 – мікрощілина

Хлоросрібний електрод складається з срібного дроту, покритого шаром важкорозчинної солі $AgCl$ і зануреного в насичений розчин калій хлориду. Електричний контакт між електродом та аналізованим розчином здійснюється через мікрощілину, тому змішування розчинів не відбувається і потенціал електрода залишається сталим. Він визначається полуреакцією, що протікає на поверхні срібного дроту:



Залежність електродного потенціалу від активностей іонів аргентуму і хлорид іонів описується рівнянням Нернста, тобто

$$\varphi (\text{Ag}/\text{Ag}^+) = \varphi^0 (\text{Ag}/\text{Ag}^+) + 0,059 \cdot \lg a(\text{Ag}^+)$$

Активність Ag^+ в розчині визначають з добутку активностей $K_s^T(\text{AgCl})$ і розраховують наступним чином:

$$K_s^T (\text{AgCl}) = a(\text{Ag}^+) \cdot a(\text{Cl}^-)$$

$$a(\text{Ag}^+) = K_s^T (\text{AgCl}) / a(\text{Cl}^-)$$

Підставляємо активність катіонів аргентуму в рівняння Нернста, що наведене вище і обчислюємо рівноважний електродний потенціал хлоросрібного електрода наступним чином:

$$\varphi (\text{Ag}/\text{Ag}^+) = \varphi^0 (\text{Ag}/\text{Ag}^+) + 0,059 \cdot \lg K_s^T (\text{AgCl}) / a(\text{Cl}^-) =$$

$$\varphi^0 (\text{Ag}/\text{Ag}^+) + 0,059 \cdot \lg K_s^T (\text{AgCl}) - 0,059 \lg a(\text{Cl}^-).$$

$$\varphi (\text{Ag}/\text{Ag}^+) = \varphi^0 (\text{Ag}/\text{Ag}^+) - 0,059 \lg a(\text{Cl}^-).$$

Значення рівноважного електродного потенціалу електрода другого роду є величиною постійною і його можна знайти в довідковій літературі.

У кількісному аналізі застосовують методи прямої потенціометрії і потенціометричного титрування.

Пряма потенціометрія передбачає вимірювання *ЕРС* гальванічного елемента та обчислення за допомогою рівняння Нернста концентрації іонів, які визначають потенціал у розчині. Для цього необхідно точно визначити величину електродного потенціалу в умовах сталої температури, відсутності в розчині солей, що заважають та ін.

При **потенціометричному титруванні** в точці еквівалентності відбувається різка зміна величини потенціалу індикаторного електрода φ , так званий стрибок потенціалу (рис. 2), на якому знаходять точку еквівалентності.

Вимірювання *ЕРС* при цьому методі потребує меншої точності, тому що це тільки інструмент для визначення точки еквівалентності при титруванні аналізованого розчину будь-яким відповідним робочим розчином.

Потенціометричне титрування передбачає проведення реакцій нейтралізації, окиснення-відновлення, комплексоутворення та осадження із

застосуванням майже всіх робочих розчинів, зазвичай відомих у практиці титриметричного аналізу.

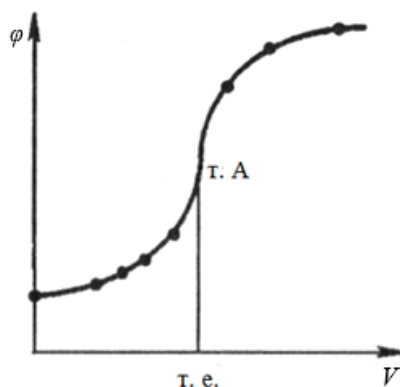


Рис. 2. Крива потенціометричного титрування:

φ – потенціал індикаторного електрода, В; V – об'єм робочого розчину, мл; т. А – середина стрибка потенціалу; т. е. – точка еквівалентності

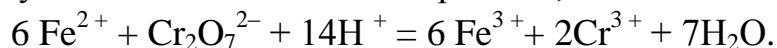
Лабораторна робота № 1

Потенціометричне визначення вмісту Fe^{2+} в розчині

Мета роботи: визначити вміст Fe^{2+} в аналізованому розчині.

Прилади і реактиви: рН-метр, налаштований на режим вимірювання ЕРС гальванічних елементів. Платиновий електрод. Хлоросрібний електрод. Робочий розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$. Водний розчин сульфатної кислоти розведений 1:4. Склянка для робочого розчину. Бюретка на 25 мл. Скляна паличка. Склянка на 100 мл для потенціометричного титрування. Мийниця з дистильованою водою.

Вміст феруму (II) визначають шляхом потенціометричного титрування аналізованого розчину робочим розчином $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ у кислому середовищі. Під час титрування відбувається окисно-відновна реакція, тобто



Платиновий електрод виконує функцію індикаторного, електродом порівняння слугує хлоросрібний електрод.

Розчин, отриманий студентом в якості задачі, кількісно переносять в потенціометричну комірку і доливають туди 5 мл водного розчину H_2SO_4 (1:4) і 40 мл дистильованої води. Перемішують розчин.

Занурюють електроди в приготований розчин і виконують перше вимірювання ЕРС гальванічного елемента.

Потім в потенціометричну комірку доливають розчин $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ порціями по 0,5 мл і після додавання кожної порції та ретельного перемішування розчину

вимірюють і записують значення ЕРС гальванічного елемента в табл. 1. За цими даними будують графік (рис.3).

Таблиця 1

Результати потенціометричного титрування

Vр-ну K ₂ Cr ₂ O ₇ , мл				
ЕРС, В				
ΔE, В				
ΔE/ΔV				

Вимірювання завершують у той момент, коли декілька останніх значень ЕРС будуть приблизно однаковими, тобто на кривій титрування закінчується стрибок.

За кривою титрування знаходять об'єм розчину K₂Cr₂O₇ (V_e), відповідний точці еквівалентності. Для цього проводять пряму АВ так, щоб на графіку площі S₁ та S₂ були однаковими. Перетин прямої АВ з кривою титрування дає точку еквівалентності (т. е.). Кількість Fe²⁺ в грамах обчислюють за такою формулою:

$$m(\text{Fe}^{2+}) = \frac{V_e \cdot N(\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7) \cdot m_e(\text{Fe}^{2+})}{1000},$$

де N (K₂Cr₂O₇) – нормальність розчину K₂Cr₂O₇, моль/л; m_e (Fe²⁺) – маса окисно-відновного еквівалента феруму, г/моль

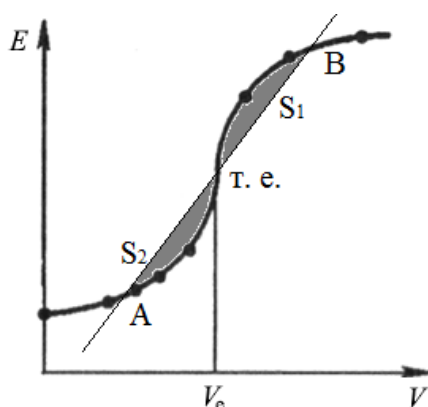


Рис. 3. Крива потенціометричного титрування розчину Fe²⁺ розчином K₂Cr₂O₇

Більш точно можна визначити точку еквівалентності, встановивши максимум **диференціальної кривої** потенціометричного титрування.

Для цього будують криву в координатах V – ΔE / ΔV, де ΔE і ΔV – відповідно різниця величин ЕРС та об'єму розчину K₂Cr₂O₇ між відмітками

двох сусідніх точок титрування. Максимум на диференціальній кривій відповідає точці еквівалентності (рис. 4).

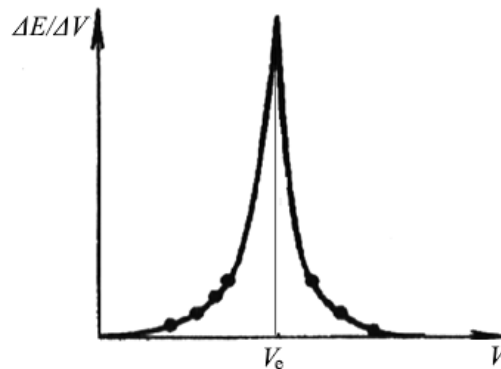


Рис. 4. Диференціальна крива потенціометричного титрування

Контрольні питання

1. Електроди яких типів використовуються в потенціометрії?
2. Що являє собою електрод порівняння?
3. Від якого показника залежить потенціал індикаторного електрода?
4. Який електрод називають електродом першого роду?
5. Від яких параметрів залежить потенціал індиферентного електрода?
6. У чому полягає різниця між прямою потенціометрією та потенціометричним титруванням

рН-МЕТРИЧНЕ ТИТРУВАННЯ

Теоретичні положення

Один із досить поширених способів потенціометричного методу аналізу – рН-метрія, що передбачає вимірювання концентрація іонів водню в аналізованому розчині.

Найчастіше в якості індикаторного електрода в рН-метрії використовують **скляний електрод**. Цей електрод являє собою скляну трубку, яка закінчується тонкостінною кулькою, виготовлену із скла спеціального складу (рис. 5).

У середину кульки наливають будь-який буферний розчин і туди поміщають електрод, який слугує провідником електричного струму (наприклад, платиновий дріт).

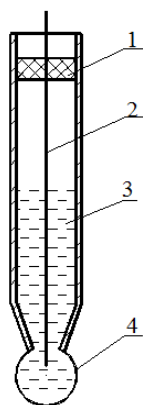


Рис. 5. Схема скляного електрода:

1 – пробка; 2 – металевий електрод; 3 – буферний розчин; 4 – кулька із спеціального скла

Завдяки здатності скла обмінювати наявні в ньому іони натрію, на іони водню, які містяться в розчині, на внутрішній і зовнішній поверхнях скляної кульки встановлюється іонна рівновага, під впливом якої там створюється потенціал. Склад розчину всередині скляного електрода незмінний, тому його потенціал це функція потенціалу тільки зовнішньої поверхні скляної кульки.

Потенціал скляного електрода за певних значень рН (приблизно від 1 до 10) є лінійною функцією величини рН.

Будучи одним з методів потенціометрії, рН-метр має два різновиди застосування: точне вимірювання величини рН з подальшим обчисленням $[H^+]$ та рН-метричне титрування.

Визначення величини рН проводять за допомогою спеціальних приладів – рН-метрів. Вони включають блок живлення, електронний підсилювач сигналу та вимірювальну схему. Шкала приладу проградуєвана в одиницях рН.

Електронний підсилювач потрібний для того, аби, долаючи великий опір скла електрода, посилити сигнал, необхідний для вимірювання.

Лабораторна робота № 2

рН-метричне визначення вмісту сульфатної кислоти в розчині

Метою роботи є визначення вмісту сульфатної кислоти в аналізованому розчині методом його рН-метричного титрування робочим розчином NaOH.

Прилади і реактиви: рН-метр. Скляний електрод. Хлоросрібний електрод. Робочий розчин NaOH. Буферні розчини. Бюретка на 25 мл. Склянка на 100 мл

для титрування. Мийниця з дистильованою водою. Склянки для робочого розчину NaOH і буферних розчинів.

1. Налаштування рН-метру за допомогою двох буферних розчинів

1. Буферні розчини наливають у склянки об'ємом 100 мл приблизно на 1/3.
2. Промивають скляний і хлоросрібний електроди дистильованою водою, а залишки води видаляють з промитої поверхні фільтрувальним папером.
3. Занурюють електроди в перший буферний розчин.
4. Перемикають прилад на діапазон значень вимірювання рН, відповідних буферному розчину.
5. Ручкою «налаштування за буферним розчином» встановлюють стрілку приладу на значення рН відповідного буферного розчину.
6. Виймають електроди, промивають, обсушують фільтрувальним папером і занурюють у другий буферний розчин. Вмикають відповідний діапазон значень, вимірюють рН і записують результати в табл. 2.

Таблиця 2

Результати вимірювання рН за допомогою буферних розчинів

рН буферних розчинів	Виміряні значення рН				

7. Якщо виміряне значення не збігається з рН другого буферного розчину, то знову ручкою "налаштування за буферним розчином" встановлюють стрілку на його значення.

8. Виймають електроди, промивають, просушують фільтрувальним папером і поміщають у перший буферний розчин. Виміряне значення рН записують у таблицю. У разі розбіжності виміряного значення з рН цього буферного розчину повторюють дії, починаючи з пункту 6.

Коли зафіксовано збіг результату з номінальним значенням рН з точністю $\pm 0,05$ рН, то вважають рН-метр налаштованим і готовим до подальшої роботи.

2. Титрування сульфатної кислоти лугом

Розчин сульфатної кислоти, виданий в якості задачі, кількісно переносять в чисту склянку об'ємом 100 мл.

Скляний і хлоросрібний електроди занурюють у розчин.

Відлік проводять за шкалою приладу після того, як показ рН набуде сталого значення і записують результат у табл. 3

Бюретку заповнюють робочим розчином NaOH. Доливають розчин NaOH до розчину H₂SO₄ порціями по 0,5 мл. Після додавання кожної порції перемішують розчин скляною паличкою, яку не виймають до закінчення досліду. Проводять відлік рН за шкалою приладу після того, як покази набудуть сталих значень.

Записують у таблицю об'єм робочого розчину NaOH, доданого до розчину H₂SO₄, і відповідне йому значення рН в таблицю 3, наприклад:

Таблиця 3

Результати титриметричного визначення вмісту H₂SO₄ в розчині

V(NaOH),мл	0	5,0	9,0	9,5	10,5
рН	1,00	1,31	2,00	2,31	11,69

7. Будують криву титрування сульфатної кислоти розчином лугу (рис.6).

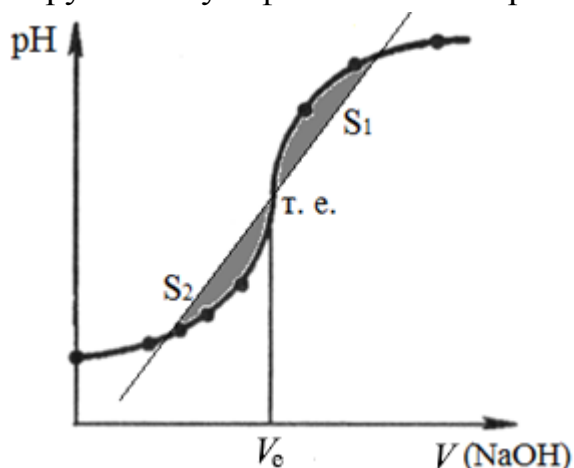


Рис. 6. Крива титрування сульфатної кислоти лугом.

Побудувавши графік титрування знаходять на кривій точку еквівалентності (проводять січну лінію так, щоб площі S₁ та S₂ приблизно дорівнювали одна одній), за якою визначають еквівалентний об'єм V_e(NaOH).

Обчислюють масу сульфатної кислоти за такою формулою:

$$m(\text{H}_2\text{SO}_4) = \frac{V_e \cdot N(\text{NaOH}) \cdot m_e(\text{H}_2\text{SO}_4)}{1000} \text{ г,}$$

де N(NaOH) – нормальна концентрація робочого розчину натрій гідроксиду;
m_e(H₂SO₄) – маса еквівалента сульфатної кислоти.

Контрольні питання

1. Які електроди використовують у рН-метрії?
2. Яку будову має скляний електрод?
3. Завдяки чому утворюється потенціал скляного електрода?
4. Скільки буферних розчинів потрібно для налаштування рН-метра?
5. Який параметр можна визначити за графіком титрування кислоти лугом?

КОНДУКТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД АНАЛІЗУ

Теоретичні положення

Кондуктометричний метод аналізу ґрунтується на вимірюванні електричної провідності розчину L , яка є мірою здатності речовини проводити електричний струм під дією зовнішнього електричного поля:

$$W = I / U = 1 / R$$

де W - електропровідність розчину, $См$ (сіменс); I - сила струму, що проходить через розчин, A ; U -прикладена напруга, B ; R - опір розчину, $Ом$.

Тобто аналітичним сигналом є електропровідність розчину або його опір. Сигнал утворюється в міжелектродному просторі за рахунок дисоціації молекул на іони або міграції іонів під дією зовнішнього джерела напруги. Тому методом кондуктометрії можна аналізувати тільки розчини електролітів.

Опір R шару розчину електроліту між електродами прямо пропорційний відстані між електродами l , питомому опіру розчину ρ і обернено пропорційний площі електродів S

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

Питомий опір ρ є характеристикою розчину, як провідника і представляє собою опір розчину при l і S , що дорівнюють 1. Величина, обернена до питомого опору, називається *питомою електричною провідністю* \varkappa

$$\varkappa = \frac{1}{\rho}$$

Таким чином \varkappa - це електрична провідність 1 см^3 розчину, що знаходиться між електродами площею $S = 1 \text{ см}^2$, відстань між якими $l = 1 \text{ см}$. Одиницями вимірювання питомої електричної провідності є $Ом^{-1} \cdot \text{см}^{-1}$ або $См/см$

Питома електрична провідність, віднесена до числа молів еквівалентів іонів в 1 см^3 розчину, називається *еквівалентною електричною провідністю* або *рухливістю* іонів (λ):

$$\lambda = \kappa \cdot \frac{1000}{C} = \kappa \cdot V$$

де C - концентрація іонів, *моль/дм³*; V - розбавлення (об'єм розчину в см^3 , який за відстані між електродами 1 см містить 1 моль еквівалентів іонів).

Еквівалентна електропровідність λ залежить від природи електроліту:

$$\lambda = a (\lambda_+ + \lambda_-),$$

де a - ступінь дисоціації; λ_+ і λ_- рухливості катіонів та аніонів. Своєю чергою,

$$\lambda_{\pm} = F \cdot U_{\pm}$$

де F - число Фарадея ($96\,450 \text{ Кл/моль}$); U_{\pm} - швидкості руху іонів.

Питома та еквівалентна електричні провідності залежать від природи електроліту і його концентрації, температури, діелектричної провідності та в'язкості розчинника.

За низьких концентрацій електролітів зростання концентрації приводить до збільшення кількості носіїв заряду, що пропорційно збільшує питому електричну провідність та зменшує еквівалентну електричну провідність.

Гранична еквівалентна електрична провідність розчину електроліту λ_{∞} є адитивною величиною і складається з граничних рухливостей катіонів і аніонів (закон незалежного руху іонів, закон Кольрауша):

$$\lambda_{\infty} = \lambda_{\infty+} + \lambda_{\infty-}$$

Гранична еквівалентна електрична провідність – це фізико-хімічною константа іонів у певному розчиннику за певної температури, Вона наводиться у довідниках і є аналітичним сигналом методу.

Граничні рухливості більшості іонів у водних розчинах перебувають у межах $40\text{-}70 \text{ См}\cdot\text{см}^2$. Граничні рухливості іонів H^+ та OH^- мають значення 362 і $205 \text{ См}\cdot\text{см}^2$ відповідно, що сильно відрізняється від рухливості інших йонів.

Питома електрична провідність розчину, який містить кілька іонів визначається так:

$$\kappa = \frac{1}{1000} \sum C_i \cdot \lambda_i$$

Електрична провідність і рухливість збільшуються зі збільшенням температури, бо зменшується в'язкість розчинника і збільшується швидкість теплового руху іонів:

$$\lambda_t = \lambda_{25} [1 + a(1 - 25)],$$

де a - температурний коефіцієнт електричної провідності, який залежить від природи іонів і розчинника; t - температура розчину, °С.

Для водних розчинів цей коефіцієнт має значення 0,02 – 0,025.

Електрична провідність і рухливість також залежать від природи розчинника. У неводних розчинах у більшості іонів рухливість менша, ніж у водних.

Для вимірювання використовують кондуктометричну комірку - скляну посудину з двома ідентичними електродами з однаковими функціями, між якими знаходиться розчин електроліту.

Найважливішою характеристикою кондуктометричної комірки є її константа θ :

$$\theta = l / S$$

де l – відстань між електродами, см; S – площа поверхні електродів, см². Вона пов'язана з опіром наступним чином

$$R = \theta / \kappa$$

За цією формулою визначають значення константи кондуктометричної комірки, необхідне для обчислення питомої електричної провідності, попередньо вимірявши опір розчину електроліту з відомим значенням питомої електричної провідності. Для точних вимірювань електролітичну комірку термостатують.

Електроди роблять із платини, платинованої платини (платина, вкрита платиновою черню) або нержавіючої сталі. Вони повинні бути однаковими, інертними, паралельно розміщеними, жорстко закріпленими і однакової площі поверхні. Як вимірювальні пристрої використовують кондуктометри (вимірювання електропровідності) чи мости змінного струму (вимірювання опору).

Залежно від частоти змінного струму буває низькочастотна (50 Гц) і високочастотна (> 1 МГц) кондуктометрія

Пряма кондуктометрія

Пряма кондуктометрія широко використовується

– для визначення вмісту індивідуальних електролітів в розчинах; визначення електроліта в суміші якщо концентрація домішків не змінюється;

— для контролю процесу очищення розчинника з низькою електричною провідністю (наприклад, дистильованої води);

- для контролю якості рідких харчових продуктів (молока, напоїв, вин);
- для визначення вмісту вологи в органічних розчинниках, твердих солях, тощо;
- для контролю якості технічної води, що використовується у промисловості - тонких хімічних технологіях, фармацевтичних, харчових та теплотехнічних виробництвах, технологіях водоочищення, оцінки забрудненості стічних вод;
- визначенні твердості води тощо.

Переваги методу прямої кондуктометрії відрізняється простотою, надійністю, достатньою точністю результатів (1 – 2 %), доступним обладнанням, але має ряд недоліків – обмеженість об'єктів аналізу, вплив на результати забруднення сторонніми електролітами; за високих концентрацій результати можуть бути неоднозначними.

Кондуктометричне титрування

Метод кондуктометричного титрування полягає у побудові залежності електричної провідності розчину від об'єму титранту (кривої титрування), з якої за зломом кривої визначають об'єм титранту в точці еквівалентності та проводять розрахунок результатів аналізу за законом еквівалентів.

Для кондуктометричного титрування необхідно, щоб рухливості іонів, які вступають у реакцію, та іонів, що утворюються в її результаті, значно відрізнялись одна від одної.

Під час титрування електрична провідність буде помітно змінюватися, якщо вводити чи видаляти іони з високою рухливістю.

Найчастіше використовують ті реакції, де продуктом є слабкий електроліт (кисотно-основна взаємодія, комплексоутворення) чи малорозчинна сполука (реакція осадження) або відбувається перетворення іонів у молекулярну форму, і навпаки, в результаті чого спостерігається злам на кривій титрування. У кислотно-основному титруванні (наприклад, для сильної кислоти) таким малодисоційованим продуктом є вода:



До точки еквівалентності у розчині відбувається зменшення кількості рухливих іонів гідрогену та гідроксилу за рахунок утворення малорухливих молекул води, що призводить до зниження провідності та спадання частини кривої. Після досягнення точки еквівалентності провідність розчину підвищується за рахунок збільшення кількості рухливих іонів гідроксилу в перетитрованому розчині. Форма кривих титрування залежить від природи визначуваної речовини і може мати різний вигляд (рис. 14.2, а, б, в, г).

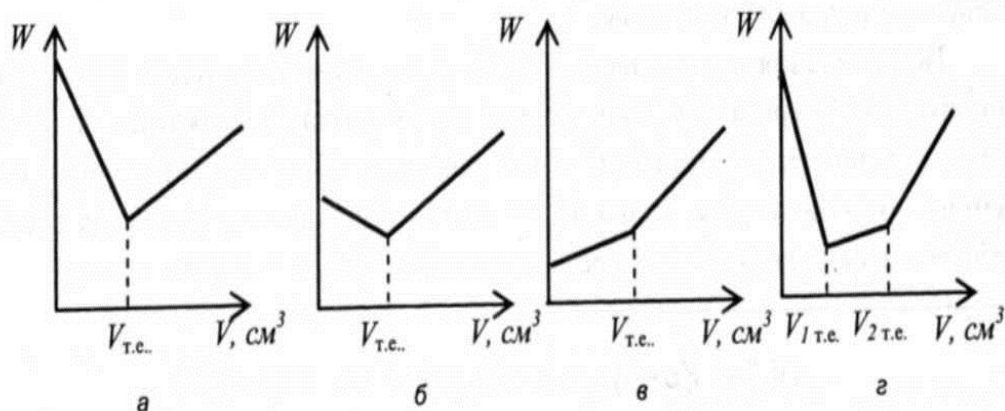


Рис. 7. Криві кондуктометричного титрування сильної кислоти (а); кислоти середньої сили (б); слабкої кислоти (в); суміші сильної і слабкої кислоти (г)

Титрування суміші сильної та слабкої кислот відбувається за умови, що різниця силових показників цих кислот (pK) є більшою, ніж 4 (рис. 7, г). Спочатку титрується сильна кислота, оскільки її присутність пригнічує дисоціацію слабкої сполуки. Після досягнення першої точки еквівалентності в реакцію вступає дисоційована слабка кислота, кількість якої визначається витратою титранту між першою та другою точками еквівалентності.

Лабораторна робота № 3

Визначення вмісту сильної кислоти методом кондуктометричного титрування

Мета роботи : визначення вмісту сильної кислоти методом кондуктометричного титрування розчином лугу.

Сутність роботи. Криві титрування сильної кислоти (H_2SO_4 , HCl) сильними основами мають один різкий злам, що відповідає положенню точки еквівалентності.

Прилади і реактиви:: кондуктометр з вимірювальним датчиком; магнітна мішалка із стрижнем; мірна колба місткістю 100 см^3 ; бюретка; 2 склянки місткістю 100 і 200 мл; стандартний 0,1 N розчин $NaOH$.

Виконання роботи. Отримати пробу аналізованого розчину. Перенести її в мірну колбу місткістю 100 см^3 і додати дисцильовану воду до мітки.

Для проведення *кондуктометричного титрування* 20 см^3 цього розчину переносять в склянку об'ємом 100 см^3 , додають дистильовану воду на 2 – 3 мм вище рівня електродів і титрують стандартним розчином лугу, додаючи його

порціями по 0,1 – 0,2 см³ і вимірюючи питому електропровідність розчину після додавання кожної порції титранта.

За результатами титрування будують криву титрування в координатах κ (мСм/см), – V , (Рис.7 а) і розраховують вміст кислоти за законом еквівалентів.

$$m(\text{кислоти}) = \frac{V_e \cdot N(\text{NaOH}) \cdot 100 \cdot m_e(\text{кислоти})}{1000 \cdot V(\text{кислоти})} \text{ Г,}$$

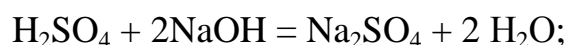
де $N(\text{NaOH})$ – нормальна концентрація робочого розчину натрій гідроксиду; $V(\text{кислоти})$ – об'єм розчину кислот; $m_e(\text{кислоти})$ – молярна маса еквівалента кислоти.

Лабораторна робота № 4

Визначення вмісту H_2SO_4 і NiSO_4 в суміші методом кондуктометричного титрування

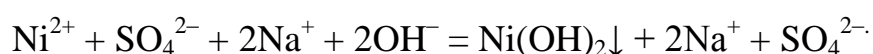
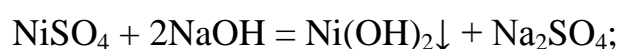
Мета роботи : визначити масу H_2SO_4 і $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ (г) в суміші методом кондуктометричного титрування з використанням реакцій кислотно-основної взаємодії і осадження.

Сутність роботи. На кривій титрування суміші H_2SO_4 і $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ лугом спостерігаються два злами. Перший злам відповідає відтитруванню H_2SO_4 :



В ході титрування високорухливі іони H^+ ($\lambda^0 = 362$) замінюються менш рухливими іонами Na ($\lambda^0 = 52$), і електропровідність розчину за рахунок відтитрування сульфатної кислоти зменшується.

При подальшому додованні лугу відбувається осадження малорозчинного нікель гідроксиду :



Оскільки рухливості іонів Ni^{2+} ($\lambda^0 = 52$) і Na^+ ($\lambda^0 = 52$) однакові, то зміна електропровідності розчину при протіканні цієї реакції буде незначною.

Після досягнення точки еквівалентності (т. е.), що відповідає відтитруванню нікель сульфату, при подальшому додаванні лугу збільшується концентрація високорухливих іонів OH^- ($\lambda^0 = 205$) і електропровідність розчину зростає.

Таким чином, об'єм титранта в першій точці еквівалентності V_1 відповідає відтитруванню H_2SO_4 , а різниця об'ємів титранта в другій і першій точках еквівалентності ($V_2 - V_1$) відповідає відтитруванню NiSO_4 .

Прилади і реактиви:: кондуктометр з вимірювальним датчиком; магнітна мішалка із стрижнем; бюретка; склянка місткістю 150 мл; 0,1 М стандартний розчин NaOH або KOH .

Виконання роботи.

Проведення титрування. Отримати аналізований розчин в склянку для титрування, додати $\sim 70 - 100$ мл дистильованої води, занурити в склянку стрижень магнітної мішалки і вимірювальний датчик таким чином, щоб отвори на захисному корпусі датчика знаходилися в розчині (при необхідності долити дистильовану воду).

При постійному перемішуванні провести титрування, додаючи в аналізований розчин по $0,2 - 0,5$ мл стандартного розчину лугу із бюретки і фіксуючи значення питомої електропровідності κ (мСм/см). Титрування продовжувати до тих пір, доки не буде отримано $5 - 8$ точок на висхідній ділянці кривої після другого зламу.

Розрахунок результатів. Побудувати криву титрування в координатах κ , мСм/см, – V , мл. Для знаходження об'ємів титранта в точках еквівалентності слід продовжити лінійні ділянки кривої до перетинів і визначити V_1 і V_2 .

На основі закону еквівалентів розрахувати масу (г) H_2SO_4 і $\text{NiSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$.

Лабораторна робота №5

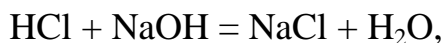
Визначення вмісту HCl і H_3BO_3 в суміші з використанням двох методів аналізу

Мета роботи : 1) визначити масу HCl і H_3BO_3 (г) у виданій для аналізу пробі, використовуючи метод кислотно-основного кондуктометричного титрування;

2) визначити масу HCl і H₃BO₃ (г) у виданій для аналізу пробі, використовуючи метод кислотно-основного титрування (рН-метричного) потенціометра;

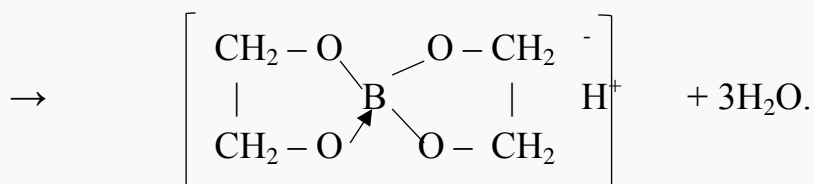
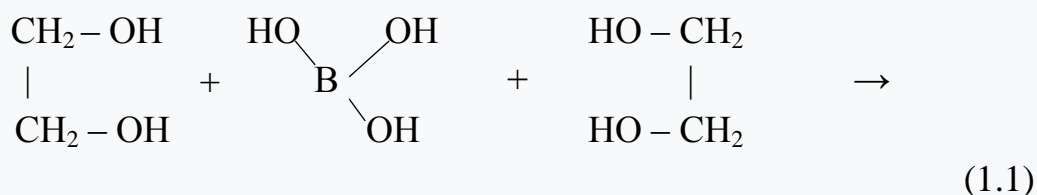
3) порівняти дані аналізу, отримані двома незалежними методами, з істинним значенням, розрахувати відносні похибки визначення в кожному випадку і зробити висновки про порівняльну точність запропонованих методик аналізу.

Сутність роботи. Кислотно-основні реакції широко застосовуються як у кондуктометричному, так і в рН-метричному титруванні, на чому і ґрунтується визначення сильної і слабкої кислот в суміші. При титруванні суміші сильної кислоти HCl і слабкою H₃BO₃ (pK₁ = 9,15; pK₂ = 12,74; pK₃ = 13,80) стандартним розчином лугу спочатку буде відтитруватися HCl:

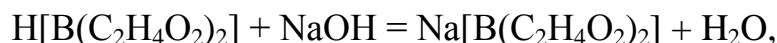


а потім – слабка борна кислота.

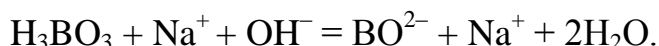
При рН-метричному титруванні неможливо отримати стрибок на кривій титрування, якщо pK_a > 8. Отже, борна кислота повинна титруватися без стрибка, що унеможлиблює її визначення. Однак H₃BO₃ може утворювати сильніші комплексні кислоти з деякими багатоатомними спиртами (етиленгліколь, гліцерин, маніт та ін.). Тому після отримання стрибка, що відповідає відтитруванню HCl, в розчин вводять багатоатомний спирт і продовжують титрування до отримання другого стрибка. При цьому в розчині протікає реакція (на прикладі етиленгліколя) :



Комплексна кислота, що утворилася H[B(C₂H₄O₂)₂] має pK_a = 4,48, тому при титруванні її розчином лугу:



виходить явно виражений стрибок на кривій титрування. При такому титруванні 1 моль H_3BO_3 в реакції (1.1) відповідає 1 молю одноосновної комплексної кислоти $\text{H}[\text{B}(\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2)_2]$. При кондуктометричному титруванні злам на кривій титрування слабкої кислоти можна отримати навіть при $\text{pK}_a = 10$, що дозволяє відтитрувати H_3BO_3 по першому ступеню у відсутність багатоатомних спиртів. Крива титрування суміші HCl і H_3BO_3 має 2 злами, що відповідають послідовному протіканню реакцій:



При титруванні HCl спостерігається різке зменшення електропровідності розчину, оскільки дуже рухливі іони H^+ ($\lambda^0 = 362$) замінюються менш рухливими іонами Na^+ ($\lambda^0 = 52$). При титруванні слабкої борної кислоти відбувається збільшення числа іонів в розчині за рахунок утворення сильного електроліту - солі NaBO_2 (натрій метаборату), тому крива піде вгору. Після досягнення другої т. е. за рахунок введення надлишку титранта NaOH крива піде вгору крутіше, оскільки в розчині з'являться іони OH^- з високою рухливістю ($\lambda^0 = 205$).

Прилади і реактиви:: кондуктометр з вимірювальним датчиком; магнітна мішалка із стрижнем; бюретка; рН-метр або іономер із скляним і хлоридсрібним електродами; 2 склянки місткістю 150-200 мл; стандартний 0,1 N розчин NaOH ; маніт або гліцерин.

Виконання роботи. Отримати 2 однакових проби аналізованого розчину в 2 склянки місткістю 150-200 мл.

Для проведення *кондуктометричного титрування* пробу розбавити дистильованою водою і титрувати стандартним розчином лугу, додаючи його порціями по 0,2 – 0,5 мл і вимірюючи питому електропровідність розчину **ек** після додавання кожної порції титранта.

За отриманими даними побудувати криву титрування, визначити об'єми титранта, витрачені на досягнення обох т. е., і розрахувати маси кислот в суміші (г) за законом еквівалентів.

Для проведення *рН-метричного титрування* пробу розбавити дистильованою водою і титрувати стандартним розчином лугу, додаючи його порціями по 0,2 – 0,5 мл і вимірюючи значення рН розчину після додавання кожної порції титранта. Після досягнення першого стрибка додати приблизно 1 г маніту або приблизно 10 мл гліцерину і продовжувати титрування до отримання другого стрибка. За отриманими даними побудувати інтегральну

(рН – V, мл) і диференціальну ($\Delta\text{pH} / \Delta V - V$, мл) криві титрування, визначити по них об'єми титранта, витрачені на досягнення обох т. е., і розрахувати маси кислот в суміші (г) за законом еквівалентів.

Розрахувати відносні похибки визначення за даними кондуктометричного і рН-метричного титрування, зробити висновки про порівняльну точність запропонованих методик аналізу.

Контрольні питання

1. Які електроди використовують у кондуктометрії?
2. Які величини є аналітичними сигналами методу кондуктометрії?
3. За якою формулою визначається питома електрична провідність розчину, який містить кілька іонів?
4. Яку величину визначають за зломом кривої титрування при кондуктометричному титруванні?
5. Чи можна методом кондуктометрії аналізувати розчини неелектролітів?

КОЛОРИМЕТРИЯ

Теоретичні положення

Будь-яка речовина здатна поглинати й відбивати електромагнітне випромінювання. Наприклад, забарвлені речовини поглинають випромінювання, довжина хвиль якого перебуває в межах 400 – 760 мкм (видиме світло). Характер і величина поглинання й відбиття світла залежать від природи речовини та її концентрації в розчині. Описані властивості використовують у кількісному аналізі **оптичними** методами, зокрема за допомогою **колориметрії**.

Кількісний аналіз, в основі якого лежить явище світлопоглинання поділяють на два види – **колориметрію** і **спектрофотометрію**.

Колориметрія – аналіз, що базується на вимірюванні поглинання видимого світла без попереднього виділення монохроматичного випромінювання (це так зване «біле» світло або світло, пропущене через широкосмугові світлофільтри).

Спектрофотометрія – аналіз, у якому застосовують монохроматичне випромінювання як у видимій, так і в прилеглих до неї ультрафіолетовій та інфрачервоній ділянках спектра.

Якщо пропустити через шар речовини (зокрема розчину) пучок світла інтенсивністю I_0 , то після проходження через цей шар його інтенсивність зменшиться до показника I_t , що зумовлено таким співвідношенням:

$$T = \frac{I_t}{I_0},$$

де T – **величина пропускання**, що змінюється в інтервалі від 0 до 1.

Якщо величина пропускання віднесена до шару розчину товщиною в 1 см, то її називають **коефіцієнтом пропускання**.

Поглинання випромінювання можна характеризувати величиною **оптичної густини**, вираженою таким чином:

$$D = -\lg T; \quad (1)$$

$$D = \lg \frac{I_0}{I_t}. \quad (2)$$

де D – оптична густина, яка може змінюватися в діапазоні від 0 до ∞ .

Оптична густина розчинів залежить від їх складу і товщини шару розчину, який поглинає світло. Ця залежність описується об'єднаним **законом Бугера – Ламберта – Бера**.

Основний закон колориметрії – **закон Бугера – Ламберта – Бера**, відображає залежність між поглинанням випромінювання розчином і концентрацією в ньому поглинальної речовини. Згідно з цим законом

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\varepsilon l C} \quad (3)$$

де l – товщина шару розчину, який поглинає світло, см; ε – молярний коефіцієнт поглинання (екстинкції), який дорівнює оптичній густині розчину речовини з концентрацією 1 моль/л у кюветі з товщиною шару рідини 1 см, л/(моль·см); C – концентрації речовини в розчині, моль/л.

Значення коефіцієнта ε залежить від природи речовини, що поглинає світло, від заданих величин довжини хвилі і температури розчину.

Використовуючи рівняння (2) та (3) отримуємо вираз для визначення оптичної густини D , (**об'єднаний закон Бугера – Ламберта – Бера**) а саме:

$$D = \varepsilon l C \quad (4)$$

За відсутності інших фізико-хімічних факторів оптична густина (D) розчину прямо пропорційна шляху (l), який проходить випромінювання, і концентрації (C) речовини в розчині.

Графік залежності оптичної густини D від концентрації C виражається прямою лінією, що йде від початку координат.

Фотоколориметричний метод пов'язаний з вимірюванням струму, що виникає в фотоелементі під дією світла, яке пройшло через досліджуваний розчин. Цей метод аналізу дає більш точні результати порівняно з візуальною колориметрією, а також полегшує роботу аналітика, усуваючи стомлюваність очей.

Користуючись методом колориметрії, належить брати до уваги появу таких помилок:

1. Забарвлені сполуки можуть дисоціювати або полімеризуватися, взаємодіяти з розчинником або з іншими речовинами, що містяться в розчині. За таких умов закон Бугера – Ламберта – Бера порушується.

У сумнівних випадках необхідно перевірити, чи підпорядковується світлопоглинання основному закону, побудувавши калібрувальну криву.

2. Забарвлені сполуки стійкі, як правило, тільки в разі дотримання певних значень параметрів (рН, концентрації реагентів, певного проміжку часу вимірювання, температури). Порушення однієї з умов може спричинити неточність результату.

3. На процес колориметрії можуть впливати домішки, які мають власне забарвлення або реагують з речовиною, яка додається в досліджуваний розчин. Часто для усунення цього впливу у розчин додають маскувальні реагенти.

Лабораторна робота № 6

Фотоколориметричне визначення вмісту феруму (II) і феруму (III) в розчині

Мета роботи. Визначення концентрації феруму (II) та феруму (III) у водному розчині фотоколориметричним методом.

Сутність роботи. Іони феруму (II), і феруму (III), реагуючи з сульфосаліциловою кислотою в аміачному середовищі, утворюють забарвлену в жовтий колір комплексну сполуку. Отже, в аміачному середовищі визначають сумарний вміст обох форм феруму.

У кислому середовищі сульфосаліцилова кислота утворює сполуку з ферумом (III) червоно-бурого кольору, тому в кислих розчинах визначають концентрацію тільки феруму (III). За різницею між результатами обох визначень знаходять вміст феруму (II).

Властивості отриманих внаслідок реакцій забарвлених розчинів відповідають закону Бугера – Ламберта – Бера і дуже стійкі.

Прилади і реактиви: фотоелектричний колориметр типу КФК – 2ПМ; мірні колби на 100 мл (6 шт.); 1 N розчин HCl; 20 % розчин сульфосаліцилової кислоти; концентрована HNO₃; 25 % розчин аміаку; 4 мірних циліндри.

1. Побудова калібрувальних кривих

Щоб побудувати калібрувальну криву для визначення концентрації Fe (III), готують серію стандартних розчинів. У 6 мірних колб об'ємом 100 мл наливають 0, 1, 2, 3, 4, 5 мл вихідного стандартного розчину Fe (III). Розчин з нульовим вмістом Fe (III) призначено для "холостого досліду". У кожену мірну колбу додають по 10 мл 1 N розчину HCl і по 15 мл 20 %-ного розчину сульфосаліцилової кислоти. Доводять об'єм розчину дистильованою водою в кожній посудині до позначки і ретельно перемішують.

Концентрацію Fe (III) обчислюють у кожному стандартному розчині за такою формулою:

$$C(\text{Fe(III)}) = \frac{C_{\text{Fe(III)}}^{\text{вих}} \cdot V_{\text{ст}}}{V_{\text{м.к.}}},$$

де $C(\text{Fe(III)})$ – концентрація Fe (III) у мірній колбі, моль/л; $C_{\text{Fe(III)}}^{\text{вих}}$ – концентрація вихідного стандартного розчину Fe (III), моль/л; $V_{\text{ст}}$ – об'єм вихідного стандартного розчину, мл; $V_{\text{м.к.}}$ – об'єм мірної колби, мл.

На фотоколориметрі вимірюють оптичну густину D кожного стандартного розчину і будують калібрувальну криву в координатах $C(\text{Fe(III)}) - D$ (рис .8).

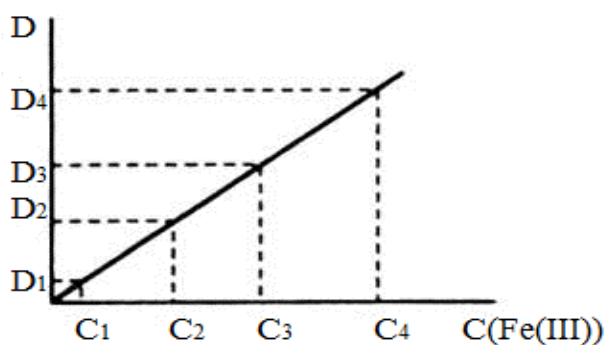


Рис. 8. Калібрувальна крива для фотоколориметрії

Побудова калібрувальної кривої для визначення суми вмісту Fe (II) і Fe (III) в розчині вимірювання відбувається за наведеною вище методикою з тією різницею, що вихідний стандартний розчин, що містить Fe (II) і Fe (III), а

замість 10 мл 1 N розчину HCl, у кожен мірну колбу додають 1 мл концентрованої HNO₃ і 10 мл 25% -ного водного розчину аміаку.

2. Визначення вмісту феруму (III)

Кожен студент отримує в якості задачі розчин для аналізу в мірній колбі. У цей розчин за допомогою мірних циліндрів відміряють і наливають 10 мл 1 N розчину HCl і 15 мл 20 % розчину сульфосаліцилової кислоти. Об'єм розчину доводять до мітки, додаючи дистильовану воду і ретельно перемішують вміст.

Щоб приготувати розчин для "холостого дослідження", у мірну колбу об'ємом 100 мл наливають розчини хлоридної і сульфосаліцилової кислот у зазначеній вище кількості, доводять об'єм розчину до мітки додаючи дистильовану воду і перемішують.

Через 10 хв після приготування досліджуваного розчину починають визначати його оптичну густину за допомогою фотоколориметра. Користуючись калібрувальною кривою (рис. 8), за результатами вимірної оптичної густини визначають концентрацію Fe (III) в розчині.

3. Визначення вмісту суми феруму (II) і феруму (III)

У мірну колбу з розчином, виданим в якості задачі, додають за допомогою мірних циліндрів 15 мл 20 % розчину сульфосаліцилової кислоти, 1 мл концентрованої HNO₃ і 10 мл 25 % розчину аміаку. Доводять об'єм розчину до мітки, додаючи дистильовану воду і ретельно перемішують вміст.

Готуючи розчин для "холостого дослідження", у мірну колбу об'ємом 100 мл наливають сульфосаліцилову й нітратну кислоти і розчин аміаку в зазначеній вище кількості, доводять об'єм розчину до мітки додаючи дистильовану воду і перемішують.

Через 10 хв після приготування досліджуваного розчину починають визначення його оптичної густини за допомогою фотоколориметра. Користуючись калібрувальною кривою, визначають суму концентрацій Fe (II) і Fe (III).

Концентрацію Fe (II) у розчині обчислюють як різницю між отриманими результатами, а саме:

$$C(\text{Fe (II)}) = [C(\text{Fe (II)} + C(\text{Fe (III)})] - C(\text{Fe (III)}).$$

Контрольні питання

1. Від яких параметрів залежить характер і величина поглинання та випромінювання світла?
2. У чому полягає різниця між колориметрією і фотоколориметрією?
3. Що являє собою величина пропускання, за якою формулою її розраховують та яких значень вона набуває?
4. Надати визначення оптичної щільності?
5. Сформулюйте закон Бугера – Ламберта – Бера.
6. Які помилки можливі при застосуванні методу колориметрії?

Рекомендовані джерела інформації

1. Ларук М. М. Інструментальні методи аналізу: навч. посібн. / М. М. Ларук, П. Й. Шаповал, Р. Р. Гумінілович. Львів : Видавництво Львівської політехніки, 2019. 216 с.

2. Семеншин Д. І. Аналітична хімія та інструментальні методи аналізу: навч. посібн. / Д. І. Семеншин, М. М. Ларук; Львів : Видавництво Львівської політехніки, 2015. – 148с

3. Зінчук В.К. Фізико-хімічні методи аналізу: навч. посібн. / В.К. Зінчук, Г.Д. Левицька, Л.О. Дубенська – Львів.: Видавн. центр ЛНУ ім. І. Франка, – 2008 – 363 с.

4. Физико-химические методы анализа. Лабораторный практикум : учеб.-метод. пособие для студентов химико-технологических специальностей / Е. В. Радион [и др.]; под ред. Е. В. Радион. – Минск : БГТУ, 2010. – 110 с.

5. Аналітична хімія : Якісний та кількісний аналіз ; Навчальний конспект лекцій /В.В. Болотов, О. М. Свечнікова, М. Ю. Голік та ін.; За ред. проф. В. В. Болотова. - Вінниця : Нова Книга, 2011. - 424 с.

6. Аналітична хімія: підручник для студентів напряму «Біотехнологія»/Н.К.Федушак та ін.– Вінниця.: Нова книга. 2012.–640 с.

7. Циганок Л.П. Аналітична хімія. Хімічні методи аналізу: навчальний посібник / Л.П.Циганок, Т.О.Бубель, А.Б.Вишнікін, О.Ю.Вашкевич; За ред. проф. Л.П.Циганок - Дніпропетровськ: ДНУ ім. О.Гончара, 2014.- 252 с.

8. Більченко М.М. Лабораторний практикум з аналітичної хімії. Кількісний аналіз: навч. посіб. для студ. вищ. навч. закл. рек. МОНУ. Суми : Університетська книга, 8. 2007. 142 с.

Світкіна Олена Юріївна

Нетяга Ольга Борисівна

Тарасова Ганна Володимирівна

ФІЗИКО-ХІМІЧНІ МЕТОДИ АНАЛІЗУ

Методичні рекомендації

до виконання лабораторних робіт за темою
«Інструментальні методи аналізу»
з дисципліни студентами спеціальності
132 Матеріалознавство.

У редакції авторів

Підписано до друку . Формат 30x42/4.
Папір офсет. Ризографія. Ум. друк. арк. 2,35.
Обл.-вид. арк. 2,0. Тираж прим. Зам. №

НТУ «Дніпровська політехніка»
49005, м. Дніпро, просп. Д. Яворницького 19