

**МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
“УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ”**

## **МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ**

**ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ:**

**СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ**

**КОНЦЕНТРАЦІЇ ДОМШОК У ПИТНІЙ ВОДІ**

**З ДИСЦИПЛІН «ТНР (ВОДОПІДГОТОВКА)» ТА «ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ**

**ХІМІЇ ТА ТЕХНОЛОГІЯ ВОДИ», СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ: «ХІМІЧНА**

**ТЕХНОЛОГІЯ НЕОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН», «ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ**

**РІДКІСНИХ РОЗСІЯНИХ ЕЛЕМЕНТІВ ТА МАТЕРІАЛІВ НА ЇХ ОСНОВІ»**

**ДЛЯ СТУДЕНТІВ ДЕННОЇ ТА ЗАОЧНОЇ ФОРМ НАВЧАННЯ**

Розроблені у рамках  
Міжнародного проекту



**Water Harmony**

[www.waterh.net](http://www.waterh.net)

Email: [post@waterh.net](mailto:post@waterh.net)

**Дніпропетровськ УДХТУ 2015**

МІНІСТЕРСТВО ОСВІТИ І НАУКИ УКРАЇНИ  
ДЕРЖАВНИЙ ВИЩИЙ НАВЧАЛЬНИЙ ЗАКЛАД  
“УКРАЇНСЬКИЙ ДЕРЖАВНИЙ ХІМІКО-ТЕХНОЛОГІЧНИЙ  
УНІВЕРСИТЕТ”

МЕТОДИЧНІ ВКАЗІВКИ  
ДО ЛАБОРАТОРНОГО ПРАКТИКУМУ:  
СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНІ МЕТОДИ ВИЗНАЧЕННЯ  
КОНЦЕНТРАЦІЇ ДОМШОК У ПИТНІЙ ВОДІ  
З ДИСЦИПЛІН «ТНР (ВОДОПІДГОТОВКА)» ТА «ТЕОРЕТИЧНІ ОСНОВИ ХІМІЇ  
ТА ТЕХНОЛОГІЯ ВОДИ», СПЕЦІАЛЬНОСТЕЙ: «ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ  
НЕОРГАНІЧНИХ РЕЧОВИН», «ХІМІЧНА ТЕХНОЛОГІЯ РІДКІСНИХ  
РОЗСІЯНИХ ЕЛЕМЕНТІВ ТА МАТЕРІАЛІВ НА ЇХ ОСНОВІ»  
ДЛЯ СТУДЕНТІВ ДЕННОЇ ТА ЗАОЧНОЇ ФОРМ НАВЧАННЯ

Затверджено на засіданні  
кафедри ТНР та Е.  
Протокол № 1 від 30.08.2014.

Дніпропетровськ УДХТУ 2015

Методичні вказівки до лабораторного практикуму: Спектрофотометричні методи визначення концентрації домішок у питній воді з дисциплін «ТНР (Водопідготовка)» та «Теоретичні основи хімії та технологія води» спеціальностей: «Хімічна технологія неорганічних речовин», «Хімічна технологія рідкісних розсіяних елементів та матеріалів на їх основі» для студентів денної та заочної форм навчання / Укл.: О.В. Груздева, Р.В. Смотраєв. – Дніпропетровськ: ДВНЗ УДХТУ, 2015. – 44 с.

Укладачі: О.В. Груздева, кандидат хімічних наук  
Р.В. Смотраєв, кандидат технічних наук

Відповідальний за випуск О.А. Півоваров, доктор технічних наук

#### Навчальне видання

Методичні вказівки до лабораторного практикуму:  
Спектрофотометричні методи визначення концентрації домішок у питній воді з дисциплін «ТНР (Водопідготовка)» та «Теоретичні основи хімії та технологія води» спеціальностей: «Хімічна технологія неорганічних речовин», «Хімічна технологія рідкісних розсіяних елементів та матеріалів на їх основі» для студентів денної та заочної форм навчання

Укладачі: ГРУЗДСВА Олена Володимирівна  
СМОТРАЄВ Роман Васильович

Редактор Л.М. Тонкошкур  
Коректор Л.Я. Гоцуцова

Підписано до друку 16.02.15. Формат 60×84 1/16. Папір ксерокс. Друк різнограф. Умов.-друк. арк. 2,0. Облік.-вид. арк. 2,83. Тираж 100 прим. Замовлення № 86. Свідоцтво ДК № 303 від 27.12.2000.

---

ДВНЗ УДХТУ, 49005, м. Дніпропетровськ-5, просп. Гагаріна, 8.



## ЗМІСТ

Вступ .....	6
1 ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИХ МЕТОДІВ АНАЛІЗУ.....	5
1.1 Утворення аналітичних форм. Фотометричні реагенти .....	6
1.2 Фотометричні методи визначення концентрації розчинів .....	7
2 КЕРІВНИЦТВО З ЕКСПЛУАТАЦІЇ СПЕКТРОФОТОМЕТРА UV-5800PC ..	9
2.1 Принцип роботи спектрофотометра UV-5800PC .....	9
2.2 Структура програмного забезпечення та режими роботи .....	12
2.3 Основні дії при вимірюванні .....	14
2.4 Основні дії при вимірюванні у Базовому режимі (Basic Mode) .....	14
2.5 Основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі (Quantitative) .....	15
2.6 Правила роботи з кюветами .....	20
3 МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ .....	21
Лабораторна робота № 1. АДСОРБЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ПОЛІАКРИЛАМІДУ .....	22
Лабораторна робота № 2. СЕДИМЕНТАЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ПОЛІАКРИЛАМІДУ .....	23
Лабораторна робота № 3. ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ ФОСФАТІВ У ПИТНІЙ ВОДІ .....	27
Лабораторна робота № 4. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ АМІАКУ ТА ІОНІВ АМОНІЮ (СУМАРНО) .....	28
Лабораторна робота № 5. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ НІТРИТІВ.....	30
Лабораторна робота № 6. ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ НІТРАТІВ ПРИ ВЗАЄМОДІЇ З ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТОЮ .....	32
Лабораторна робота № 7. ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ НІТРАТІВ ПРИ ВЗАЄМОДІЇ З САЛІЦИЛОВОКИСЛИМ НАТРІЄМ .....	34
Лабораторна робота № 8. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МИШ'ЯКУ .....	35
Лабораторна робота № 9. ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНИХ РЕЧОВИН.....	41
Лабораторна робота № 10. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ФТОРИДІВ (Варіант А) .....	41
Лабораторна робота № 11. ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ФТОРИДІВ (Варіант Б) .....	43
СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ.....	44

## ВСТУП

Українське законодавство у сфері питної води та питного водопостачання складається з Водного кодексу України, Кодексу України про надра, законів України «Про питну воду та питне водопостачання», «Про охорону навколишнього природного середовища», «Про забезпечення санітарного та епідемічного благополуччя населення», «Про Загальнодержавну програму «Питна вода України на 2006-2020 роки» та інших нормативно-правових актів.

Гігієнічні вимоги до питної води регламентуються ДСанПіН 2.2.4-171-10 «Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною» (Санітарні норми). Згідно з цим документом питна вода, призначена для споживання людиною, повинна відповідати таким гігієнічним вимогам: бути безпечною в епідемічному та радіаційному відношенні, мати сприятливі органолептичні властивості та нешкідливий хімічний склад. Гігієнічну оцінку безпечності та якості питної води проводять за показниками епідемічної безпеки (мікробіологічні (9 показників), паразитологічні (2 показники)), санітарно-хімічні (органолептичні (4 показники), фізико-хімічні (21 показник), санітарно-токсикологічні (20 показників)) та радіаційними показниками (2 показники). Відповідно до Санітарних норм до переліку санітарно-хімічних показників з 01.01.2015 р. додається: 2 фізико-хімічних показники, 10 санітарно-токсикологічних показників. Повний перелік показників наведений у Санітарних нормах. Вміст у питній воді шкідливих речовин, не зазначених у Санітарних нормах, не повинен перевищувати їх граничнодопустимих концентрацій (ГДК), визначених у СанПіН 4630-88 «Санитарные правила и нормах охраны поверхностных вод от загрязнения».

Під час вибору вододжерела та технології водопідготовки у разі будівництва підприємства питного водопостачання необхідно забезпечити виробництво питної води з оптимальним вмістом мінеральних речовин за показниками фізіологічної повноцінності мінерального складу питної води (9 показників Санітарних норм).

Виробничий контроль безпечності та якості питної води здійснюється підприємствами питного водопостачання відповідно до вимог Санітарних норм згідно з робочою програмою, в якій повинно бути відображено: перелік показників, що потребують контролю, та порядок його здійснення, місця та календарні графіки відбору проб води для лабораторних досліджень. Систематичний виробничий контроль за безпечністю та якістю води здійснюється від місця водозабору до місця її споживання. Контроль радіаційної безпечності питної води здійснюється у місцях водозаборів один раз на три роки. Періодичність виробничого контролю безпечності та якості питної води може бути збільшено залежно від місцевих природних умов та епідемічної ситуації в населеному пункті. Підприємства питного водопостачання зобов'язані надавати до державної санітарно-епідеміологічної служби відповідної адміністративної території інформацію про результати виробничого контролю безпечності та якості питної води, забруднення джерел питного водопостачання.

Орієнтовний перелік методик та стандартів визначення показників безпечності та якості питної води містить 65 документів.

На разі підготовлений Національний стандарт України «Вода питна. Вимоги та методи контролювання якості», в якому були реалізовані норми Закону України

«Про питну воду та питне водопостачання», ДСанПіН 2.2.4-171-10 «Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною», основні вимоги Директиви Ради Європейського Союзу № 98/83 ЄС від 03.11.1998 р. «Про якість води, призначеної для споживання людиною», керівних принципів забезпечення якості питної води ВООЗ від 2004 р. Стандарт містить перелік нормативних документів, у тому числі, стандартів щодо визначення концентрації шкідливих домішок, що містяться у воді. Одним із стандартних методів визначення концентрації шкідливих домішок є фотометричний метод, для якого характерна висока точність та відтворюваність.

Ці методичні вказівки направлені на опанування студентами фотометричних методів аналізу домішок у воді за допомогою спектрофотометра UV-5800PC.

## 1 ЗАГАЛЬНА ХАРАКТЕРИСТИКА СПЕКТРОФОТОМЕТРИЧНИХ МЕТОДІВ АНАЛІЗУ

СПЕКТРОФОТОМЕТРІЯ – метод аналізу, що базується на визначенні спектра поглинання або вимірюванні світлопоглинання при певній довжині хвилі, яка відповідає максимуму кривої поглинання досліджуваної речовини. Спектрофотометрію використовують для ідентифікації сполук, дослідження складу, будови і кількісного аналізу індивідуальних речовин і багатокомпонентних систем. Аналіз здійснюють за поглинанням речовинами монохроматичного випромінювання у видимій, ультрафіолетовій (УФ) та інфрачервоній (ІЧ) ділянках спектра.

Джерелом УФ-випромінювання служать воднева або дейтерна лампа. Ці джерела випромінюють суцільний спектр в інтервалі 180÷375 нм (ближнє УФ-випромінювання).

Джерелом видимого та ближнього ІЧ-випромінювання служить лампа розжарювання з вольфрамовою ниткою, що випромінює суцільний спектр в області 315÷1100 нм.

Об'єктами вимірювань є розчини. Аналітичним сигналом в даному методі є оптична густина ( $A$  або  $D$ ), що характеризує поглинальну здатність речовини і дорівнює

$$A = \log I_0/I, \quad (1.1)$$

де  $I_0$  – інтенсивність падаючого світла;

$I$  – інтенсивність світла, що пройшло через розчин.

При постійній довжині хвилі існує залежність між оптичною густиною, концентрацією речовини в досліджуваному розчині (лише прозорі розчини) і товщиною поглинаючого шару, що описується законом Бугера-Ламберта-Бера. Якщо на шар розчину товщиною  $l$  падає світловий потік з інтенсивністю  $I_0$  і в результаті поглинання світла речовиною інтенсивність минулого світлового потоку  $I$  зменшується (рис. 1.1), то за законом Бугера-Ламберта-Бера маємо:

$$A = \varepsilon_i \cdot C_i \cdot l = -\log I/I_0, \quad (1.2)$$

де  $\varepsilon_i$  – молярний коефіцієнт світло-поглинання при заданій довжині хвилі  $\lambda$ , ( $\text{л}\cdot\text{моль}^{-1}\cdot\text{см}^{-1}$ );

$C_i$  – молярна концентрація поглинаючої речовини в розчині, моль/л.

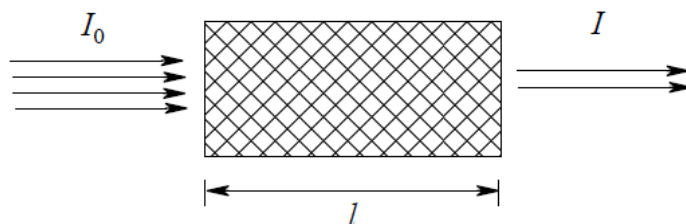


Рисунок 1.1 – Схема проходження світлового потоку через шар розчину

Відношення  $I/I_0$  називають пропусканням і позначають  $T$  ( $0 \leq T \leq 1$ ). Величина пропускання зазвичай виражається в %. Якщо в розчині знаходиться суміш речовин, що поглинають світло, то дотримується закон адитивності світлопоглинання – оптична густина суміші речовин ( $A_{\text{суміші}}$ ) дорівнює сумі оптичної густини компонентів ( $A_i$ ):

$$A_{\text{суміші}} = \sum A_i. \quad (1.3)$$

Оптимальною довжиною хвилі світла є та довжина  $\lambda_{\text{max}}$ , при якій спостерігається максимальне світлопоглинання  $A_{\text{max}}$ . Для вибору довжини хвилі за допомогою спектрофотометра вимірюють оптичну гуστину розчину при різних довжинах хвиль, починаючи з 180 нм і закінчуючи 1100 нм. За отриманими даними будують графік залежності оптичної густини від довжини хвилі – спектр поглинання або крива поглинання. Для подальших вимірювань вибирають ту довжину хвилі, при якій оптична густина максимальна.

### 1.1 Утворення аналітичних форм. Фотометричні реагенти

Зазвичай загальна схема спектрофотометричного аналізу включає два обов'язкових етапи (у виняткових випадках вимірюють оптичну гуστину безпосередньо розчинів речовин, молекули яких здатні до поглинання світла у видимій області спектра, дещо частіше в УФ-області):

1) утворення аналітичної форми при додаванні до аліквоти проби досліджуваної речовини буферного розчину і розчину фотометричного (хромогенного) реагенту, при цьому відбувається реакція з утворенням забарвлених сполук;

2) фотометрування отриманого забарвленого розчину аналітичної форми.

У спектрофотометричному аналізі застосовуються різні за природою фотометричні реагенти, які утворюють із досліджуваними речовинами такі продукти реакцій:

- хелатні (внутрішньо комплексні) сполуки іонів металів;
- сполуки іонів металів з кислотними та основними органічними барвниками;
- різнолігандні комплексні сполуки та іонні асоціати;



– монолігандні комплекси металів з неорганічними лігандами і гетерополісполуками.

Всі фотометричні (органічні) реагенти мають хромофорні групи атомів, які поглинають кванти світла певних довжин хвиль за рахунок електронних переходів з основного стану у збуджений та обумовлюють вибірчу дію фотометричних реагентів. Приклади деяких поширених хромогенних реагентів наведені нижче.

N-гетероциклічні азосполуки мають хромофорну групу етанольний гідроксил (–ОН): 1-(2-піридилазо)-2-нафтол (ПАН) та 4-(2-піридилазо)резорцин (ПАР). Комплекси металу з ПАН не заряджені, малорозчинні у воді і екстрагуються неполярними розчинниками – хлороформом або бензолом. ПАН застосовується для екстракційно-фотометричного визначення іонів  $Mn^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  та ін. (ПАР) утворює забарвлені комплекси з іонами  $Cu^{2+}$ ,  $Bi^{3+}$  і  $Ti^{3+}$  в сірчано-кислих розчинах, а в ацетатних розчинах (рН від 3 до 6) з іонами  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Co^{2+}$ ,  $Ni^{2+}$  і  $Mn^{2+}$ .

Арсенові азосполуки (Арсеназо III) утворюють стійкі комплекси з рядом іонів металів навіть у досить кислому середовищі завдяки наявності арсонової групи (– $AsO_3H_2$ ). У сильно-кислих середовищах реагент взаємодіє лише з іонами Th, Zr, Hf, Sc, актиноїдів і лантаноїдів, V, Ca, Ba, Be та деяких інших елементів.

Похідні трифенілметану (пірокатехіновий фіолетовий, хромазурол S, еріохромціанін R, ксиленоловий помаранчевий) також мають хромофорну групу етанольний гідроксил (–ОН). Вони інтенсивно забарвлені і можуть бути використані як фотометричні реагенти для визначення мікроконцентрацій іонів  $Al^{3+}$ ,  $Be^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Fe^{3+}$  та ін.

Катіонні (основні) фарбники (малахітовий зелений, діамантовий зелений, родамін В, метиленовий синій та ін.) утворюють іонні асоціати (іонні пари) з V, Ga, Sb та ін., які екстрагуються неполярними розчинниками. Формою, в якій молекула фарбника входить до складу іонного асоціату, є однозарядний катіон.

Дитизон (дифенілтіокарбазон,  $H_2Dz$ ) – поширений реагент для високочутливого визначення іонів  $Pb^{2+}$ ,  $Zn^{2+}$ ,  $Cd^{2+}$ ,  $Ag^+$ ,  $Hg^{2+}$ ,  $Cu^{2+}$ ,  $Pd^{2+}$  та ін. Дитизон (характерна хромофорна група  $-N=C-SH$ ) часто застосовують для екстракційного виділення іонів металів перед їх визначенням.

У спектрофотометричній практиці відносно широке поширення для визначення іонів металів знайшов фотометричний реагент – діетилдитіокарбамат натрію (Na-ДДТК) завдяки своїй хромофорній групі  $-C \begin{matrix} =S \\ \diagdown \\ SH \end{matrix}$ . З Na-ДДТК найінтенсивніше забарвлені комплекси утворюють Cu(II) і Mn(II).

## **1.2 Фотометричні методи визначення концентрації розчинів**

Вимірювання оптичної густини досліджуваного розчину завжди проводять відносно до розчину порівняння (нульового (контрольного) розчину). В якості розчину порівняння використовують аліквотну частину досліджуваного розчину, що містить усі добавлені компоненти, окрім фотометричного реагенту. У випадку, коли фотометричний реагент і усі інші компоненти розчину порівняння безбарвні, то для порівняння можливо використовувати дистильовану воду.

### 1) Метод градуювального графіка

Готують серію стандартних розчинів з різним вмістом компонента, який визначається, і вимірюють їх оптичну густину при вибраній довжині хвилі і товщині шару. Необхідно, щоб вибраний інтервал концентрації відповідав області можливих змін концентрацій аналізованих розчинів. Будують градуювальний графік у координатах  $A$  від  $C$ . В разі підпорядкування закону Бугера-Ламберта-Бера графік є прямою (рис. 1.2), що проходить через початок координат. Вимірюють оптичну густину досліджуваного розчину  $A_c$  і по графіку знаходять концентрацію  $C_x$  речовини в розчині.

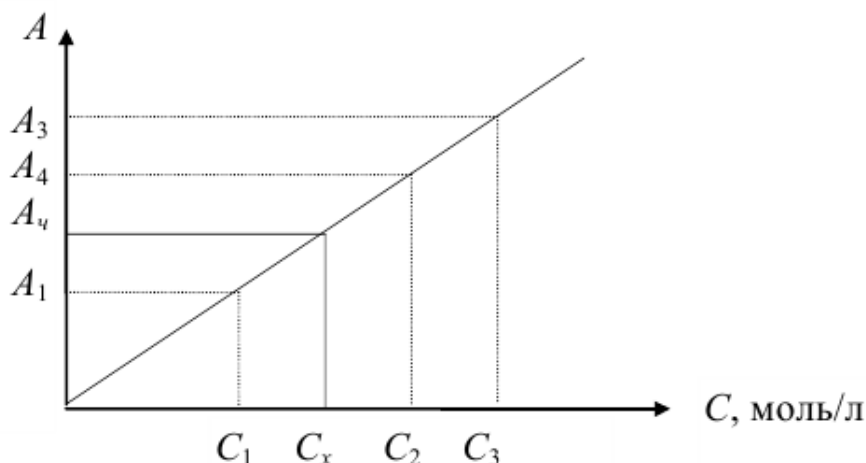


Рисунок 1.2 – Градуювальний графік

При побудові градуювального графіка розрізняють три варіанти:

- графік для стандартних розчинів, що не містить сторонні речовини, побудований за оптимальних умов;
- графік, побудований у присутності окремих сторонніх компонентів;
- графік, побудований за стандартними розчинами, що містять всі компоненти аналізованих об'єктів.

### 2) Метод стандартного розчину (метод порівняння)

В цьому методі порівнюють поглинання досліджуваного розчину і стандартного  $A_{ст.}$  з відомою концентрацією. Розрахунок концентрації  $C_x$  проводять за формулою, з огляду на закон Бугера-Ламберта-Бера:

$$C_x = \frac{A_x \cdot C_{ст.}}{A_{ст.}} \quad (1.4)$$

Вимірювання проводять з декількома стандартними розчинами, близькими за концентрацією до досліджуваного, і усереднюють  $C_x$ . Цей спосіб вимагає строгого підпорядкування поглинання закону Бугера-Ламберта-Бера.

### 3) Метод добавок

У цьому методі спочатку вимірюють оптичну густину аналізованого розчину  $A_x$ , об'єм якого дорівнює  $V_x$ , далі додають у розчин невеликий об'єм розчину тієї ж речовини ( $V_0$ ) з відомою концентрацією  $C_0$  і знаходять оптичну густину  $A_{x+g}$  після добавки. За умови підпорядкування закону Бугера-Ламберта-Бера величину  $C_x$  розраховують з наступних рівнянь:

$$\frac{A_x}{A_{x+g}} = \frac{C_x}{C_x + C_g}; C_g = \frac{C_0 \cdot V_0}{V_x + V_0}, \quad (1.5)$$

$$C_x = \frac{C_0 \cdot V_0}{\frac{A_{x+g}}{A_x} (V_x + V_0) - V_x}. \quad (1.6)$$

Метод добавок зазвичай застосовують для усунення дії сторонніх домішок, що заважають, а також у ряді випадків для оцінки правильності методики визначень. Цей метод дозволяє створити однакові умови для фотометрування досліджуваного розчину і розчину з добавкою, тому його доцільно застосовувати для визначення невеликих кількостей різних сполук у присутності великих кількостей сторонніх речовин. Метод добавок вимагає обов'язкового дотримання основного закону світлопоглинання.

*Питання для самоперевірки.*

- 1) На якому фізичному явищі базується спектрофотометричний метод аналізу?
- 2) В яких ділянках спектра проводять спектрофотометричні аналізи?
- 3) Яка величина є аналітичним сигналом у спектрофотометричному аналізі?
- 4) Наведіть Закон Бугера-Ламберта-Бера.
- 5) Що таке оптимальна довжина хвилі світла у спектрофотометричному аналізі?
- 6) Наведіть основні етапи спектрофотометричного аналізу.
- 7) Які аналітичні форми утворюються в спектрофотометричному аналізі?
- 8) З якою ціллю у спектрофотометричному аналізі використовують хромогенні реагенти? Наведіть приклади хромогенних реагентів.
- 9) Що таке хромофорна група?
- 10) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом градуувального графіка?
- 11) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом стандартного розчину (метод порівняння)?
- 12) Яким чином проводять спектрофотометричний аналіз методом добавок?

## **2 КЕРІВНИЦТВО З ЕКСПЛУАТАЦІЇ СПЕКТРОФОТОМЕТРА UV-5800PC**

### **2.1 Принцип роботи спектрофотометра UV-5800PC**

Спектрофотометр UV-5800PC складається з п'яти частин:

- галогенна або дейтерова лампа, як джерело світла;
- монохроматор для відділення необхідної довжини хвилі та усунення небажаного випромінювання другого порядку;
- кюветне відділення для розчину зразка;
- детектор для реєстрації пропущеного світла і перетворення його в електричний сигнал;
- цифровий дисплей для відображення поглинання і пропускання світлового пучка.

Нижче наведена блок-схема (рис. 2.1), що показує взаємозв'язок між цими частинами. У спектрофотометрі світло від лампи фокусується на вхідній щілині монохроматора, де коліматор (дзеркало) направляє світловий пучок на дифракційні решітки. Дифракційні решітки розкладають світловий пучок для отримання спектра, частина якого фокусується на вихідній щілині монохроматора коліматором. Далі світловий пучок проходить до кюветного відділення крізь фільтр, який усуває небажане випромінювання другого порядку з дифракційних решіток. Пройшовши кюветне відділення світловий пучок потрапляє на кремнієвий фотодіодний детектор де продукує електричний сигнал, що відображається на цифровому дисплеї.

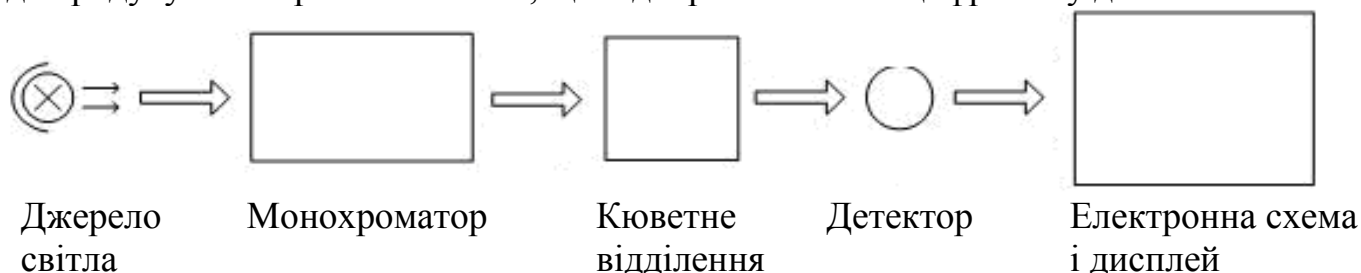


Рисунок 2.1 – Блок-схема роботи спектрофотометра

### Технічні характеристики спектрофотометра UV-5800PC

Спектральний діапазон довжин хвиль	190-1100 нм
Спектральна ширина щілини	2 нм
Точність установки довжини хвилі	$\pm 0,5$ нм
Відтворюваність установки довжини хвилі	0,3 нм
Установка довжини хвилі	Auto
Фотометрична точність	$\pm 0,3\%T$
Фотометрична відтворюваність	0,2%T
Фотометричний діапазон	0-200%T, -0,3-3,0A
Дрейф нульової лінії	0,002A/год при 500 нм
Розсіяне світло (перешкоди променевої енергії)	$\leq 0,05\%T$ при 220 нм, 360 нм
Джерела світла	Дейтерова лампа і вольфрамова галогенна лампа
Датчик	Кремнієвий фотодіод
Електроживлення	220 В при 50 Гц або 110 В при 60 Гц
Дисплей	Рідкокристалічний, 128×64 пікселів
Порт виведення даних	USB порт
Порт принтера	Паралельний порт

## 2.2 Структура програмного забезпечення та режими роботи

Структуру каталогу головного меню для роботи з програмним забезпеченням UV-5800PC наведено на рис. 2.2.

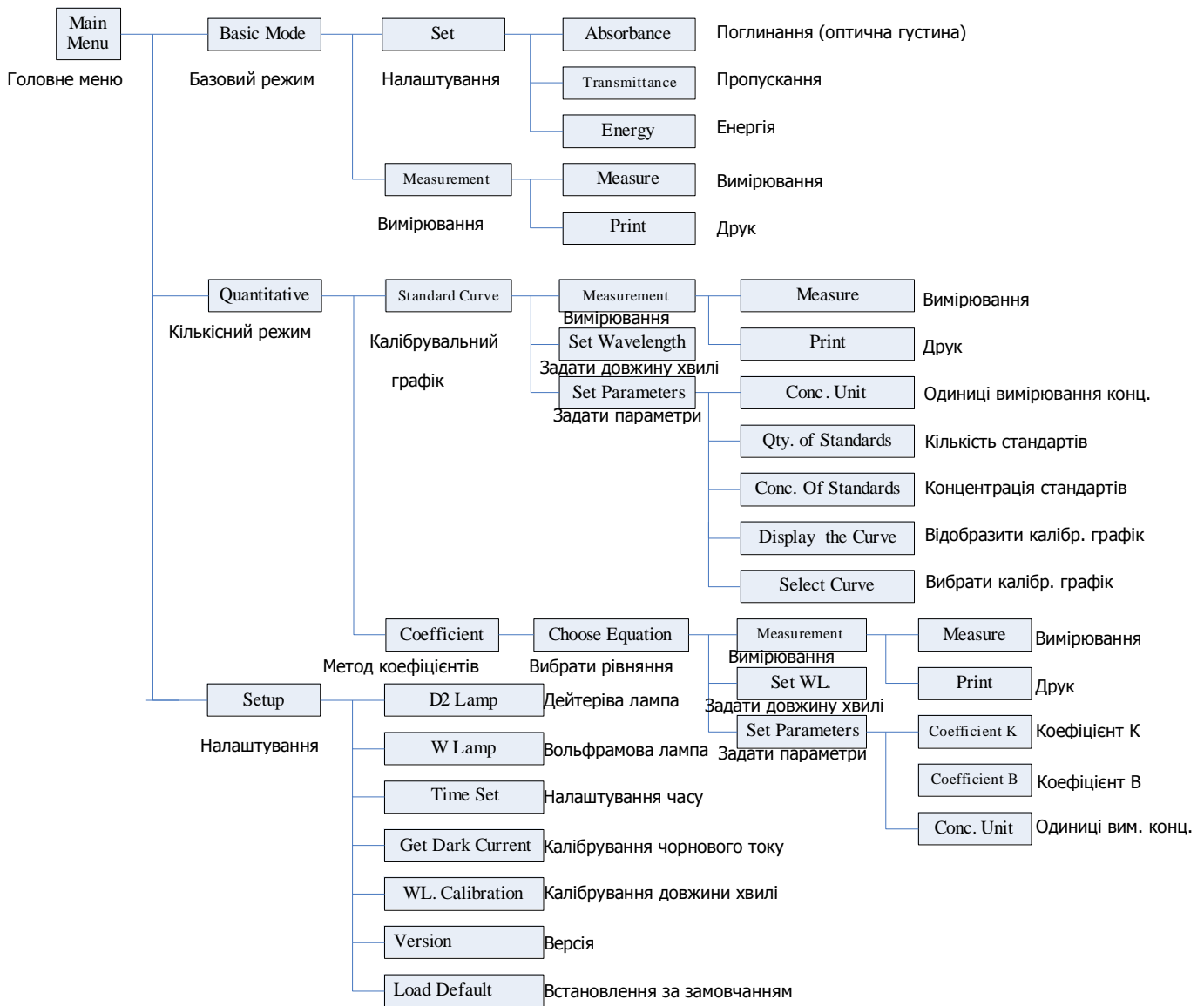


Рисунок 2.2 – Древо каталогу Головного меню

Вбудоване програмне забезпечення складається з трьох режимів:

- 1) Базовий режим (Basic Mode);
- 2) Кількісний режим (Quantitative);
- 3) Системні функції (System Functions).

**Базовий режим (Basic Mode).** Вимірювання оптичної густини, пропускання енергії на заданій довжині хвилі. Результати вимірювань можуть бути записані на оперативний пристрій (RAM).

**Кількісний режим (Quantitative).** Вимірювання за калібрувальним графіком або за методом коефіцієнтів.

**Калібрувальний графік (Standard Curve Method).** Введіть дані калібрувальної прямої, використовуючи стандартні розчини з відомою концентрацією; використовуйте цей калібрувальний графік для визначення зразків з невідомою концентрацією. Графіки і результати тестів можуть бути записані на RAM.

**Метод коефіцієнтів (Coefficient Method).** Введіть значення коефіцієнтів рівняння прямої і потім розрахуйте значення концентрації зразків.

**Налаштування (Setup).** Управління джерелами світла. Калібрування і т.д. **(!!!Увага! Проводиться тільки спеціалістами).**

### 2.3 Основні дії при вимірюванні

#### 1. Вибір режиму фотометрії.

У головному меню (**Main menu**) виберіть режим роботи, використовуючи кнопки прокрутки, і натисніть ENTER для підтвердження.

#### 2. Задання довжини хвилі.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) натисніть GOTO  $\lambda$ , для вибору довжини хвилі використовуйте цифрову клавіатуру, потім натисніть ENTER для підтвердження і автоматичного встановлення нульової лінії (100%T/0Abs).

#### 3. Задання параметрів.

Натисніть SET, щоб зайти в меню налаштування параметрів, кнопками прокрутки виберіть відповідне меню і введіть параметри, використовуючи цифрову клавіатуру, натисніть для підтвердження ENTER, натисніть ESC для повернення.

#### 4. Встановлення позиції автоматичного тримача комірки.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) спочатку натисніть CELL, потім введіть 1-8, щоб розмістити відповідну комірку за світловим променем.

#### 5. Видалення введеного значення.

Натисніть CLEAR, щоб видалити останній введений символ.


#### 6. Видалення результатів тесту і збережених даних.

У пункті меню Вимірювання (**Measurement**) натисніть CLEAR, щоб видалити результат тесту і збережені дані.

#### 7. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

Встановіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветном відділенні, натисніть ZERO, щоб відкалібрувати нульову лінію (100%T/0Abs).

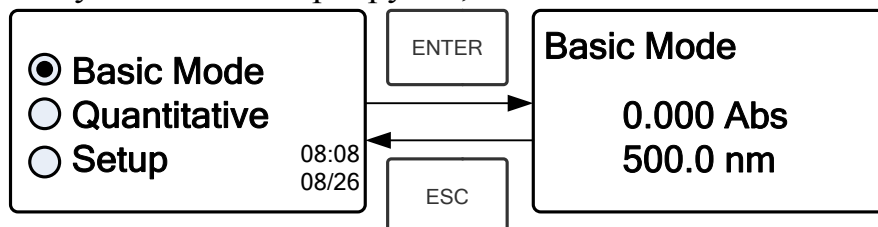
#### 8. Вимірювання зразка.

Помістіть зразок у кюветну комірку і натисніть  для вимірювання.

### 2.4 Основні дії при вимірюванні у Базовому режимі (Basic Mode)

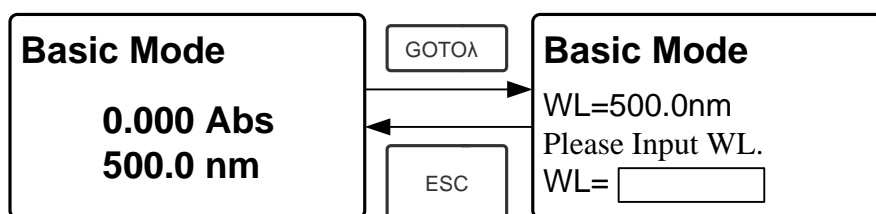
#### 1. Перехід у меню Базового режиму.

У Головному меню (**Main menu**) виберіть Базовий режим роботи (**Basic Mode**), використовуючи кнопки прокрутки, і натисніть ENTER для підтвердження.



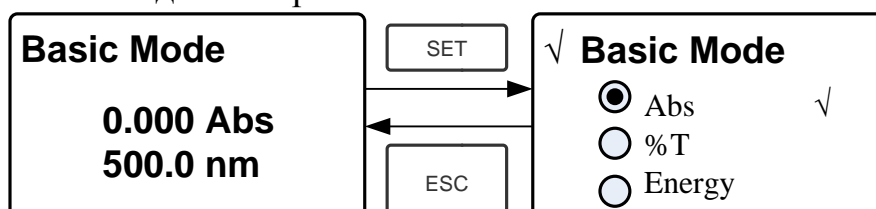
#### 2. Задання довжини хвилі.

Натисніть GOTO  $\lambda$ , для вибору довжини хвилі, натисніть ENTER для підтвердження та автоматичного встановлення нульової лінії (100%T/0Abs).



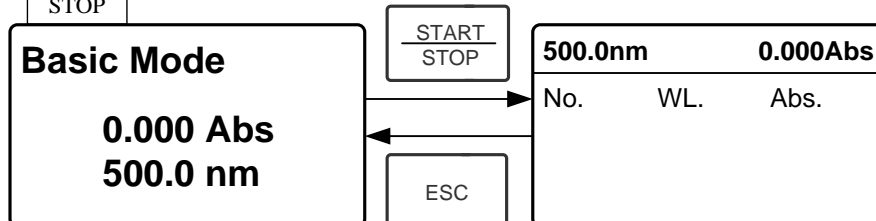
### 3. Задання режиму фотометрії.

Натисніть SET, щоб перейти в меню налаштування параметрів, кнопками прокрутки виберіть режим Abs, %T або Energy, натисніть для підтвердження ENTER. Натисніть ESC для повернення.



### 4. Перехід у режим почергових вимірювань (за необхідністю).

Натисніть **START/STOP**, щоб перейти в режим почергових вимірювань.



### 5. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

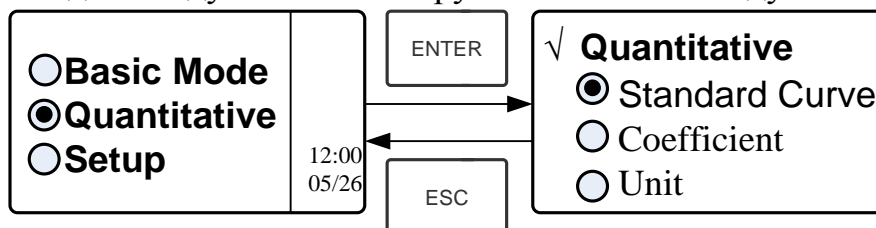
Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть ZERO, щоб відкалібрувати нульову лінію (100%T/0Abs).

### 6. Вимірювання зразка.

Помістіть зразок у кюветну комірку і натисніть **START/STOP** для вимірювання. Результат буде виведений на екран приладу. Автоматично результат буде записаний на оперативний запам'ятовуючий пристрій (RAM). Повторіть цю процедуру для вимірювання усіх зразків.

## 2.5 Основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі (Quantitative)

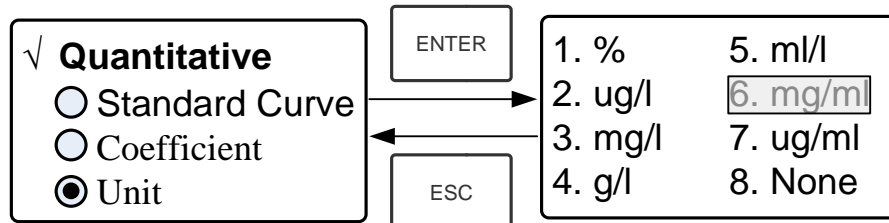
1. Перехід до кількісного режиму. У Головному меню (**Main menu**) використовуйте кнопки прокрутки, щоб вибрати Кількісний режим (**Quantitative**). Натисніть ENTER для входу в меню вибору кількісного методу.



### 2. Вибір одиниці вимірювання.



Виберіть Одиницю вимірювання (**Unit**), натисніть ENTER, щоб перейти до вибору одиниць вимірювання. Кнопками прокрутки виберіть необхідні одиниці вимірювання і натисніть ENTER для підтвердження.



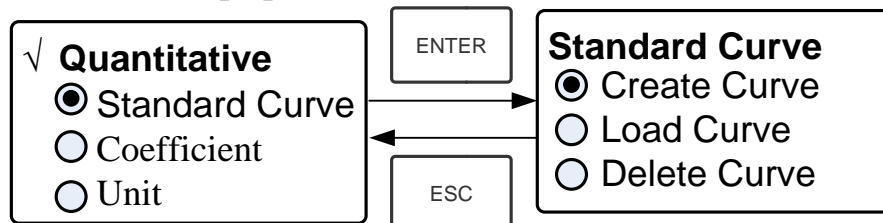
### 3. Вибір методу вимірювання.

Надаються два методи для вибору: Калібрувальний графік (**Standard Curve**) і Метод коефіцієнтів (**Coefficient**).

#### 3.1. Калібрувальний графік (**Standard Curve**).

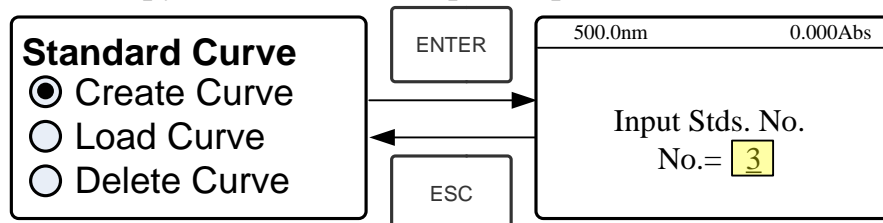
##### 1. Перехід у меню калібрувального графіка (**Standard Curve**).

У меню Кількісний режим (**Quantitative**) кнопками прокрутки виберіть Калібрувальний графік (**Standard Curve**). Натисніть ENTER для переходу в підменю. Ви можете створити новий калібрувальний графік (**Create Curve**) або завантажити збережений (**Load Curve**). Якщо ви хочете видалити збережений графік, виберіть Видалити графік (**Delete Curve**).



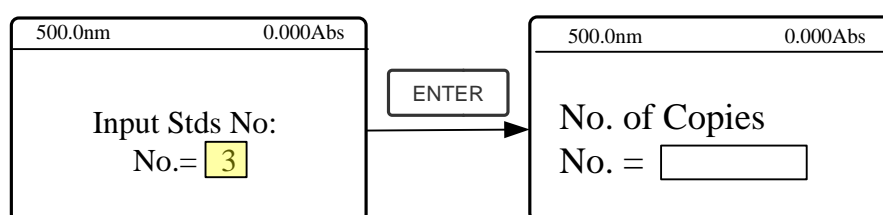
##### 2. Задання довжини хвилі.

Виберіть курсором Створити пряму (**Create Curve**) та натисніть ENTER для переходу до вікна вибору кількості стандартних розчинів.



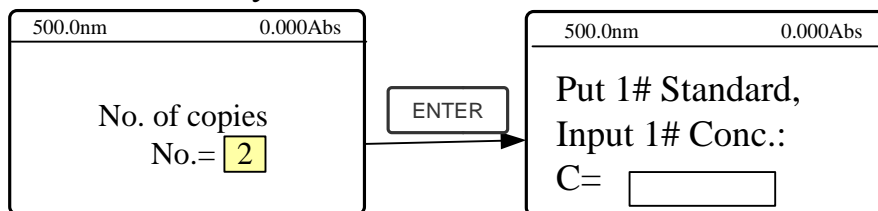
Натисніть GOTO (для переходу у вікно вибору довжини хвилі, введіть значення довжини хвилі, використовуючи цифрову клавіатуру, і натисніть ENTER для підтвердження.

Використовуючи цифрову клавіатуру або кнопки прокрутки задайте кількість стандартних розчинів (наприклад, 6 стандартних розчинів), потім натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться наступне вікно.





Використовуючи цифрову клавіатуру або кнопки прокрутки, задайте кількість повторів вимірів для кожного стандартного розчину, потім натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться наступне вікно.

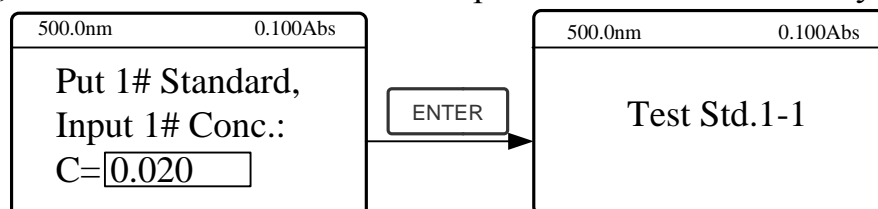


### 3. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

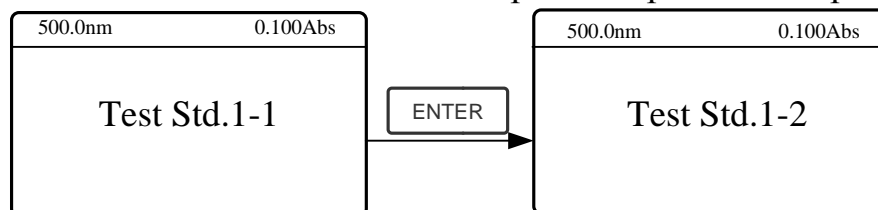
Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть ZERO для калібрування нульової лінії.

### 4. Введення значення концентрації стандартних розчинів.

Помістіть кювету з першим стандартним розчином (**1# Standard Sample**) на шляху проходження світла в кюветному відділенні і введіть значення концентрації цього розчину, натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться наступне вікно.

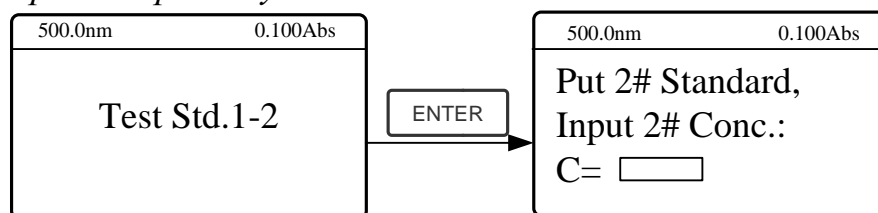


Натисніть ENTER, щоб почати перше вимірювання першого стандартного розчину, потім система видасть запит на повторне вимірювання першого розчину.



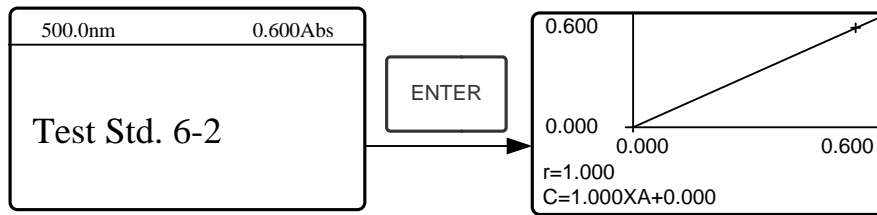
Натисніть ENTER, щоб провести повторний вимір першого стандартного розчину. Потім з'явиться наступне вікно.

*Примітка: Буде взято середнє значення двох вимірювань величини поглинання першого стандартного розчину.*



Помістіть кювету з другим стандартним розчином (**2# Standard Sample**) на шляху проходження світла в кюветному відділенні і введіть значення концентрації, потім натисніть ENTER для підтвердження.

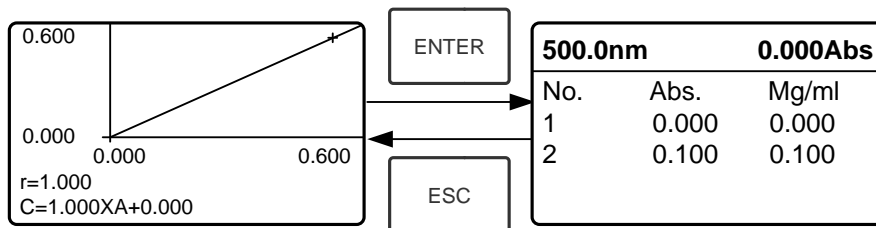
Аналогічно вимірюють всі стандартні розчини. Після вимірювання останнього стандарту, натисніть для підтвердження. Тоді Калібрувальний графік (**Standard Curve**) і рівняння прямої автоматично виведуться на дисплей. В цей же час рівняння прямої буде автоматично збережено на RAM.



*Примітка: Якщо буде допущено помилку під час процедури калібрування, система видасть сповіщення у вигляді трьох сигналів і автоматично повернеться до початкового вікна. Калібрувальна крива у такому разі не буде виведена на екран.*

### 5. Вимірювання зразка.

Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні і натисніть для того, щоб перейти в режим почергових вимірювань.

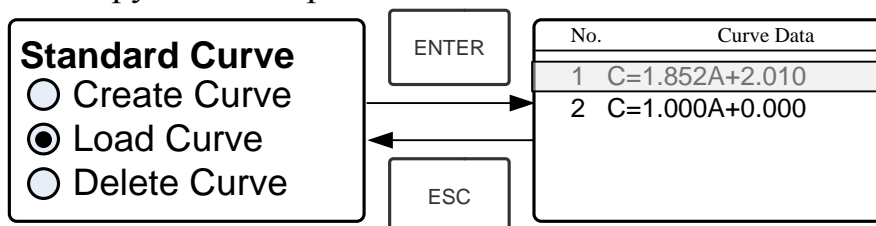


Помістіть зразок з невідомою концентрацією у кюветне відділення, натисніть для вимірювання **START**. Результати вимірювань виводитимуться на екран приладу один за другим та автоматично записуватимуться на RAM (можуть бути збережені значення вимірювань для 200 зразків).

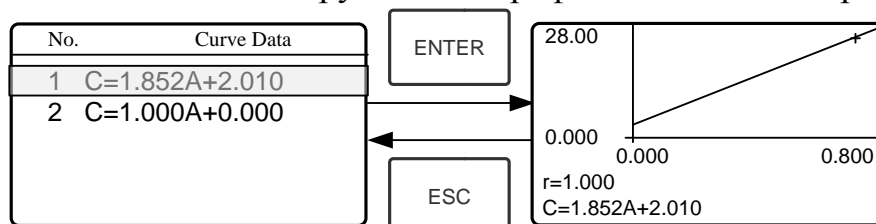
### 6. Завантаження калібрувального графіка.

Всі рівняння калібрувальних прямих автоматично зберігаються на RAM. Якщо ви хочете завантажити збережений графік, дотримуйтесь інструкцій, описаних нижче.

Пересуваючи курсор, виберіть Завантажити калібрувальний графік (**Load Curve**) і натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться вікно із збереженими рівняннями для калібрувальних прямих.



Пересуваючи курсор, виберіть необхідне рівняння і натисніть ENTER для підтвердження. Відповідний калібрувальний графік з'явиться на екрані.

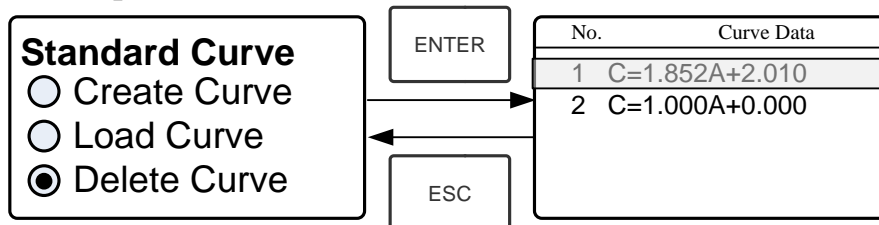


Натисніть ENTER для переходу в режим почергових вимірювань і почніть тестувати зразки.

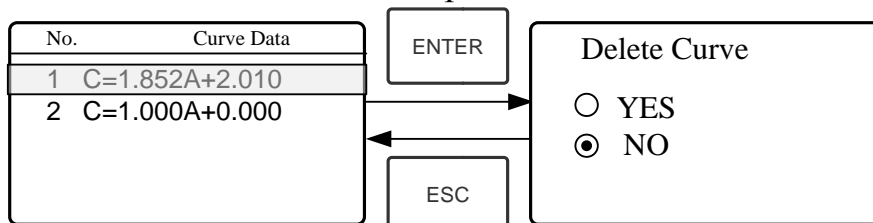
*Примітка: Коли ви завантажуєте збережені калібрувальні графіки, довжина хвилі буде автоматично виставлена на ту, яка була у момент створення цієї калібрувальної прямої.*

### 7. Видалення калібрувального графіка.

Розмістіть курсор на команді Видалити калібрувальний графік (**Delete Curve**) і натисніть ENTER для підтвердження. З'явиться вікно із збереженими рівняннями для калібрувальних прямих.



Пересуваючи курсор, виберіть рівняння прямої, яке ви хочете видалити, і натисніть ENTER. Система запитає підтвердження цієї дії.

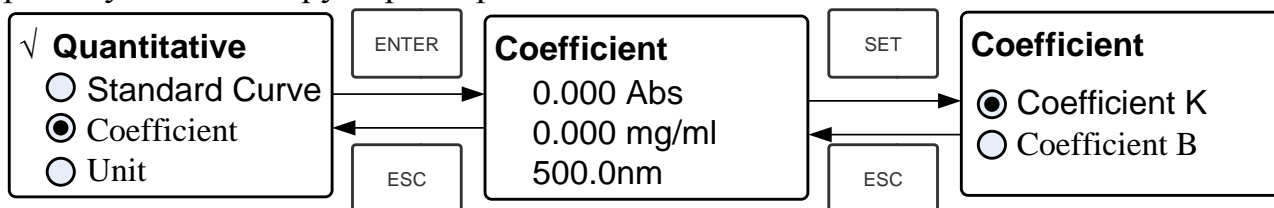


Виберіть **Yes** і натисніть ENTER для підтвердження, рівняння прямої буде видалено. Якщо ви не хочете видалити це рівняння, виберіть **NO** і натисніть ESC для повернення в меню.

### 3.2. Метод коефіцієнтів.

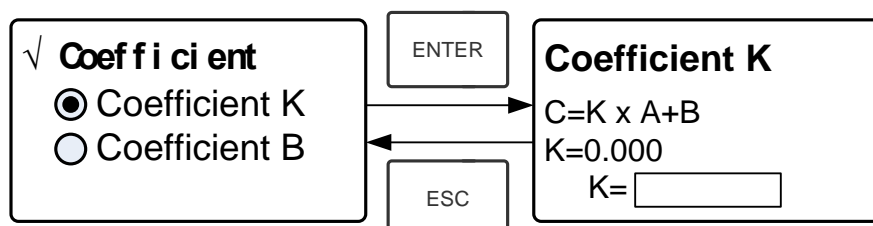
#### 1. Перехід до Методу коефіцієнтів (**Coefficient**).

Кнопками прокрутки виберіть Метод коефіцієнтів (**Coefficient**) і натисніть ENTER для переходу у вікно з попередньою інформацією, потім натисніть SET, щоб перейти у вікно вибору параметрів.



#### 2. Введення параметрів.

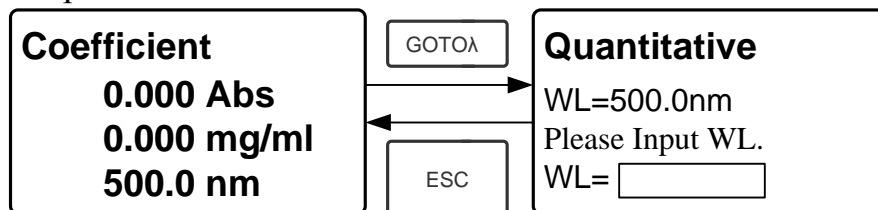
Використовуйте кнопки прокрутки, щоб перемістити курсор на **Coefficient K**, і натисніть ENTER для переходу у вікно введення коефіцієнта K. Введіть значення K і натисніть ENTER для підтвердження, система автоматично повернеться до вихідного вікна.



Таким же чином введіть значення коефіцієнта В і натисніть ESC для повернення у вікно з попередньою інформацією.

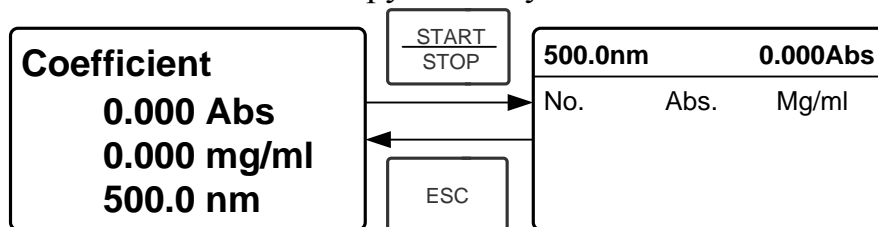
### 3. Введення довжини хвилі.

Натисніть GOTO λ для переходу у вікно введення значення довжини хвилі, введіть значення довжини хвилі, використовуючи цифрову клавіатуру, і натисніть ENTER для підтвердження.



### 4. Калібрування нульової лінії (100%T/0Abs).

Натисніть **START/STOP** для переходу до вікна почергового вимірювання. Помістіть кювету з «нульовим» розчином на шляху проходження світла в кюветному відділенні, натисніть ZERO для калібрування нульової лінії.



### 5. Вимірювання.

Помістіть зразок з невідомою концентрацією в кюветне відділення, натисніть для вимірювання **START/STOP**, результат виведеться на екран приладу. Повторіть цю процедуру для вимірювання всіх зразків. Автоматично результат буде записаний на RAM. Інформація не буде загублена навіть в разі раптового відключення електрики.

### 6. Друкування результатів вимірювань.

У меню почергових вимірювань натисніть PRINT, щоб роздрукувати результати. У меню почергових вимірювань натисніть CLEAR, щоб видалити результати вимірювань.

## 2.6 Правила роботи з кюветами

При виконанні лабораторних робіт з спектрофотометрії використовують спеціальні пластмасові або скляні (кварцеві) кювети. Пластмасові кювети мають гарну прозорість у видимій та УФ областях, але використання пластмасових кювет пов'язане з проблемами забезпечення допусків, очищення, стійкості до впливу розчинників, температурних деформацій. Кювети зі звичайного боросилікатного скла підходять для вимірювань у видимій та ближній УФ частинах спектра. Кювети з кварцу застосовуються для роботи в більш короткохвильовій області (< 300 нм).

Працюючи з кюветами, необхідно виконувати наступні правила.

1. Грані кювет, через які проходить світловий потік, називають робочими гранями. На них вказано довжину кювети (мм) і нанесено відмітку рівня рідини.

2. Кювети слід тримати за бічні грані, через які не проходить світловий потік.
3. Перед роботою кювети необхідно ретельно вимити та обов'язково кілька разів ополоснути дистильованою водою.
4. Перед наповненням кювет їх слід зсередини ополоснути досліджуваними розчинами для видалення залишків води.
5. Розчини в кювети потрібно наливати до спеціальної горизонтальної відмітки на межі кювети. Не можна наливати розчини вище за цей рівень, оскільки розчин може пролитися в кюветному відділенні.
6. Перед розміщенням кювет у кюветотримачі робочі грані слід промакнути фільтрувальним папером. На них не повинно залишитися крапельок розчину, ворсинок, відбитків пальців.
7. Для запобігання проливанню розчинів, що знаходяться в кюветах, переміщення каретки спектрофотометра треба здійснювати повільно і плавно.

*Питання для самоперевірки.*

- 1) З яких основних п'яти частин складається Спектрофотометр UV-5800PC?
- 2) Який спектральний діапазон довжин хвиль UV-5800PC?
- 3) Яка точність установки довжини хвилі в UV-5800PC?
- 4) Які джерела світла є в UV-5800PC?
- 5) З яких основних трьох режимів роботи складається вбудоване програмне забезпечення UV-5800PC?
- 6) Які основні дії при вимірюванні у Базовому режимі?
- 7) Які основні дії при вимірюванні у Кількісному режимі?
- 8) Типи кювет, у яких довжинах волн використовують кювети?
- 9) Які основні правила роботи з кюветами?
- 10) З якою ціллю потрібно ополоскувати кювети досліджуваними розчинами?

### **3 МЕТОДИКИ ВИКОНАННЯ ЛАБОРАТОРНИХ РОБІТ**

Концентрації хімічних речовин у природній та питній воді не повинні перевищувати визначених нормативів. Тому нижче наведені методики виконання лабораторних робіт з визначення концентрації хімічних речовин у водних розчинах відповідно до наступних стандартів: ГОСТ 4386-89 «Вода питьевая. Методы определения массовой концентрации фторидов», ГОСТ 19355-85 «Вода питьевая. Методы определения полиакриламида»; ГОСТ 4152-89 «Вода питьевая. Метод определения массовой концентрации мышьяка»; ГОСТ 18826-73 «Вода питьевая. Методы определения содержания нитратов»; ГОСТ 18309-72 «Вода питьевая. Метод определения содержания полифосфатов»; ГОСТ Р 51211-98 «Вода питьевая. Методы определения содержания поверхностно-активных веществ»; ГОСТ 4192-82 «Вода питьевая. Методы определения минеральных азотсодержащих веществ»; ДСТУ ISO 7150-1-2003 «Якість води. Визначання амонію. Частина 1. Ручний спектрометричний метод»; ДСТУ 4078-2001 «Якість води. Визначання нітрату. Частина 3. Спектрометричний метод із застосуванням сульфосаліцилової кислоти».

# Лабораторна робота № 1

## АДСОРБЦІЙНО-ФОТОМЕТРИЧНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ПОЛІАКРИЛАМІДУ

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на лужному гідролізі поліакриламід, адсорбції поліакрилової кислоти, що утворюється, карбонатом кальцію з наступним комплексоутворенням поліакрилової кислоти з барвником метиленовим блакитним, елюювання сорбованої кількості барвника водою і вимірювання оптичної густини водного розчину при довжині хвилі  $\lambda=630-670$  нм. Межа виявлення поліакриламід  $0,2$  мг/дм<sup>3</sup>. Діапазон вимірювання масової концентрації поліакриламід  $0,5-3$  мг/дм<sup>3</sup>. Похибка визначення для всього діапазону  $\pm 25\%$ .

Вплив катіонів кальцію, магнію, важких металів усувається додаванням трилону Б (комплексон III).

### 2. Апаратура та реактиви.

#### 2.1 Спектрофотометр. Ваги лабораторні.

Кювети з товщиною робочого шару 2 см. Електроплитка.

Мішалка магнітна. Баня водяна. Бюкси скляні. Ексикатор.

Центрифуга з частотою обертання 2000-3000 об./хв.

Пробірки центрифужні місткістю 15-20 см<sup>3</sup>.

Насос скляний водоструминевий лабораторний.

Лійки подільні місткістю 100 см<sup>3</sup>. Лійка Бюхнера.

Фільтри мембранні із розміром пор 3-5 мкм, № 6 або

фільтри паперові «синя стрічка». Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 2; 5 см<sup>3</sup> з ціною поділок 0,01 см<sup>3</sup> та 0,1 см<sup>3</sup> та піпетки без поділок місткістю 10; 20; 25; 50 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 50; 100; 1000 см<sup>3</sup>.

Стакани скляні лабораторні, місткістю 200 та 400 см<sup>3</sup>.

Колонка скляна з краном і впаяним скляним пористим фільтром № 1; висота колонки 200 мм, діаметр 13 мм (рис. 3.1).

2.2. Розчин кислоти сірчаної (0,5 моль/дм<sup>3</sup>), розчин натрію гідроокису (10%), розчин кислоти азотної (1:1), розчин солі динатрієвої етилендіамін-N,N,N',N'-тетраоцтової кислоти 2-водної (трилон Б) (0,1 моль/дм<sup>3</sup>), кальцій вуглекислий, спирт етиловий ректифікований, розчин поліакриламід основний стандартний (0,25%), розчин метиленового блакитного (1·10<sup>-4</sup> моль/дм<sup>3</sup>); розчин 2,6-динітрофенолу або тропеоліну 00 (0,1%). Всі реактиви повинні бути кваліфікації «чистий для аналізу» (ч.д.а.).

### 3. Приготування розчинів.

Приготування робочого стандартного розчину поліакриламід з масовою концентрацією 50 мг/дм<sup>3</sup> (Розчин № 1). 2,0 см<sup>3</sup> основного стандартного розчину поліакриламід повільно вносять у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup>, розводять дистильованою водою до мітки і ретельно перемішують. 1 см<sup>3</sup> цього розчину

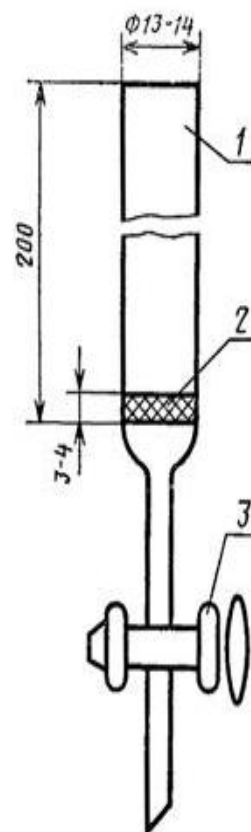


Рисунок 3.1 – Колонка скляна з фільтром:  
1 – скляна колонка;  
2 – пластинка скляна пориста; 3 – кран

містить 0,05 мг поліакриламід. Робочий розчин можна зберігати при  $T = 5-7^{\circ}\text{C}$  протягом 6-7 днів.

#### **4. Побудова градуувального графіка.**

У мірну колбу місткістю  $50\text{ см}^3$  вносять послідовно 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5;  $3,0\text{ см}^3$  розчину № 1, доливають до мітки питною водою, що не містить поліакриламід, чи річковою водою, відібраною на водоочисних спорудах до введення поліакриламід та відфільтрованою від зважених речовин через паперовий або мембранний фільтр, і ретельно перемішують. Вміст поліакриламід в одержаних розчинах становить відповідно 25; 50; 75; 100; 125 та  $150\text{ мкг}$  (або 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 2,5 та  $3,0\text{ мг/дм}^3$ ). Ці розчини послідовно переносять у мірні колби місткістю  $100\text{ см}^3$  і далі їх оброблюють за методикою, наведеною у п. 5. Будують градуувальний графік, відкладаючи на осі абсцис вміст поліакриламід 5-30 мкг, а на осі ординат – оптичну густину. Для кожної точки градуувального графіка оптичну густину знаходять як середню величину з трьох повторно знайдених значень, розбіжність між якими не перевищує 10%.

При роботі з новою партією поліакриламід необхідно градуувальний графік побудувати заново.

#### **5. Проведення аналізу.**

$50\text{ см}^3$  проби відбирають у мірну колбу місткістю  $50\text{ см}^3$ , переносять у мірну колбу місткістю  $100\text{ см}^3$ , додають  $3,5\text{ см}^3$  розчину трилону Б,  $1\text{ см}^3$  розчину гідроксиду натрію, перемішують і нагрівають у киплячій водяній бані протягом 30 хв. Охолоджують розчин, додають 2 краплі розчину індикатору – 2,6-динітрофенолу або тропеоліну 00, нейтралізують розчином сірчаної кислоти до зникнення жовтого забарвлення 2,6-динітрофенолу або відповідно до появи злегка рожевого забарвлення тропеоліну 00 (витрачається  $1,6-1,75\text{ см}^3$  розчину  $\text{H}_2\text{SO}_4$ ), додають ще  $1\text{ см}^3$  розчину сірчаної кислоти, доводять до мітки дистильованою водою і перемішують. рН отриманого розчину коливається в межах 2-2,2. Далі проводять сорбцію поліакрилової кислоти, що утворилася в результаті гідролізу, на вуглекислому кальції. Для отримання рівномірного шару вуглекислого кальцію в колонку (рис. 3.1) спочатку наливають дистильовану воду, зливають її приблизно до  $1/5$  висоти колонки, закривають кран і досипають 1 г порошку вуглекислого кальцію. Відкривають кран і одночасно струменем води з промивалки змивають порошок зі стінок так, щоб вуглекислий кальцій рівномірно осів на дно колонки. Потім обережно по стінці виливають у колонку  $20,0\text{ см}^3$  гідролізованого розчину і проводять легке відсмоктування розчину за допомогою водоструминевого насоса протягом 1,5 хв. Колонку обмивають три рази невеликими порціями дистильованої води, після чого, не закриваючи крана, пропускають через колонку при тому ж легкому відсмоктуванні  $5,0\text{ см}^3$  робочого розчину метиленового блакитного, не порушуючи при цьому шар сорбенту. Залишок метиленового блакитного відсмоктують можливо повніше, коли рідина під скляним пористим фільтром перестане пінитися. Всі пропущені через колонку рідини відкидають.

Далі проводять десорбцію метиленового блакитного. Для цього в колонку вносять  $12\text{ см}^3$  дистильованої води і, попередньо закривши колонку гумовою пробкою, збовтують вміст колонки кілька разів. Після відстоювання розчин зливають через верх колонки в центрифужну пробірку і потім центрифугують

протягом 5 хв при 3000 об./хв. Вимірюють оптичну густину розчину в кюветі з товщиною шару 2 см при  $\lambda = 630-670$  нм за відношенням до розчину нульового досліду, проведеного за тією ж схемою з 50 см<sup>3</sup> питної води, яка не містить поліакриламід, або води, відібраної на спорудах до введення поліакриламід і попередньо відфільтрованої від зважених речовин. Вміст поліакриламід в аналізованій пробі в мікрограмах знаходять за градувальним графіком.

Після кожного визначення колонку промивають розчином азотної кислоти для видалення залишків метиленового блакитного з пористого фільтра. Потім колонку промивають дистильованою водою, після чого колонка готова до наступного визначення.

### 6. Обробка результатів.

Масову концентрацію поліакриламід у воді, мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$C = \frac{m \cdot 100 \cdot K}{V_1 \cdot V_2}, \quad (3.1)$$

де  $m$  – кількість поліакриламід, знайдена за графіком, мкг;

100 – місткість мірної колби, см<sup>3</sup>;

$K$  – поправковий коефіцієнт для приведення концентрації робочого розчину поліакриламід до масової концентрації точно 50 мг/дм<sup>3</sup>; дорівнює уточненій концентрації основного розчину, поділеної на 2500;

$V_1$  – об'єм проби, взятий для аналізу, 50 см<sup>3</sup>;

$V_2$  – об'єм аліквотної частини, перенесеної в колонку для сорбції, 20 см<sup>3</sup>.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, розбіжність між якими не повинна перевищувати допустимого розходження ( $\pm 25\%$ ) при масовій концентрації поліакриламід більше 1 мг/дм<sup>3</sup> і  $\pm 36\%$  при масовій концентрації 1 мг/дм<sup>3</sup> і нижче.

*Питання для самоперевірки.*

1) Яку аналітичну форму фотометрують при визначенні концентрації поліакриламід адсорбційно-фотометричним методом?

2) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?

3) Який діапазон вимірювання масової концентрації поліакриламід за даним методом?

4) Які іони заважають визначенню поліакриламід? За допомогою якого реагенту усувають заважаючий вплив іонів?

5) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?

6) Наведіть порядок побудови градувального графіка.

7) Наведіть порядок проведення аналізу.

8) Розрахуйте кількість сухого NaOH для виготовлення 100 см<sup>3</sup> 10% розчину натрію гідрооксиду.

9) Опишіть принцип дії водоструминного насоса.

10) Проведіть визначення концентрації поліакриламід у досліджуваній воді.



Лабораторна робота № 2  
СЕДИМЕНТАЦІЙНИЙ МЕТОД ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ  
ПОЛІАКРИЛАМІДУ

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на прискоренні седиментації каоліну, який вноситься до води, що містить поліакриламід. Через 20 хв, після визначеного відстоювання суспензії каоліну, фотометрично вимірюється залишкова каламутність освітленого шару аналізованої рідини. Межа виявлення поліакриламідів  $0,01 \text{ мг/дм}^3$ . Діапазон вимірювання масової концентрації поліакриламідів  $0,02-0,1 \text{ мг/дм}^3$ . Похибка визначення при масовій концентрації вище  $0,03 \text{ мг/дм}^3$  не більше  $\pm 25$ , при масовій концентрації  $0,03 \text{ мг/дм}^3$  і нижче похибка визначення  $60\%$ .

Вплив сольового фону питної води усувається використанням фонового (нульового) розчину. Нульовий розчин, відносно якого будується градувальний графік, є вода, яка відібрана на водоочисних спорудах до додавання поліакриламідів. Зважені речовини, що містяться у воді, відокремлюються фільтруванням через паперовий або мембранний фільтр.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Ваги технічні. Кювети з товщиною робочого шару 5 см. Електроплитка. Мішалка магнітна. Баня водяна. Бюкси скляні. Ексикатор. Секундомір. Насос скляний водоструминний лабораторний. Фільтри мембранні із розміром пор  $3-5 \text{ мкм}$ , № 6 або фільтри паперові «синя стрічка». Прилад для фільтрування через мембранні фільтри. рН-метр. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1 та  $20 \text{ см}^3$  з ціною поділок  $0,01 \text{ см}^3$  та  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю 50 та  $100 \text{ см}^3$ ; пробірки скляні градуйовані місткістю  $20 \text{ см}^3$ . Склянки лабораторні місткістю 200 і  $400 \text{ см}^3$ .

2.2. Розчин кальцію хлористого 6-водного (2 г/л), спирт етиловий ректифікований, розчин поліакриламідів основний стандартний (0,25%), каолін, збагачений для парфумерної промисловості за ГОСТ 21285-75, або каолін, збагачений для кабельної промисловості за ГОСТ 21288-75. Всі реактиви (окрім каоліну) повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Див. Л. р. № 1, п. 3.

3.2. Приготування робочого стандартного розчину поліакриламідів з масовою концентрацією  $2,5 \text{ мг/дм}^3$ .

Розчин № 2.  $5,0 \text{ см}^3$  розчину № 1 вносять у мірну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$ , розводять фоновим (нульовим) розчином до мітки і ретельно перемішують.  $1 \text{ см}^3$  цього розчину містить  $2,5 \text{ мкг}$  поліакриламідів. Розчин № 2 готують у день побудови градувального графіка та проведення аналізу.

3.3. Приготування фонового (нульового) розчину.

Для приготування фонового (нульового) розчину відбирають на водоочисних спорудах річкову воду до внесення в неї поліакриламідів і фільтрують її через паперовий фільтр «синя стрічка» або мембранний фільтр. Відфільтрована вода повинна бути прозорою. рН води має бути 6-8. Концентрація кальцію повинна бути не менше  $60 \text{ мг/дм}^3$ .

### 3.4. Приготування суспензії каоліну.

Наважку каоліну 1,0 г вносять у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>, попередньо змочену 5-10 см<sup>3</sup> фонові води, енергійно збовтують, щоб не було грудочок каоліну, і доводять фонові водою до мітки. Розчин використовують 2-3 дні.

### 4. Побудова градуувального графіка.

У мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> вносять 0,2; 0,4; 0,8; 1,4; 2,0 см<sup>3</sup> розчину № 2, доливають до мітки фоновим (нульовим) розчином, закривають колби пробками і ретельно перемішують, перевертаючи колби дном догори 20 разів. Вміст поліакриламід у приготованих розчинах становить відповідно 0,01; 0,02; 0,04; 0,07; 0,1 мг/дм<sup>3</sup>). Далі переносять по 19,0 см<sup>3</sup> кожного розчину в градуйовані пробірки місткістю 20 см<sup>3</sup> й послідовно в кожну через кожні 3 хв додають по 1,0 см<sup>3</sup> суспензії каоліну енергійно струшуючи колбу щоразу безпосередньо перед відбором суспензії. Закривають кожну пробірку пробкою і перемішують суміш перевертанням пробірки 10 разів. Ставлять пробірку в штатив і включають секундомір. Через 20 хв з першої пробірки за допомогою піпетки, не збовтуючи суміш, відбирають 5 см<sup>3</sup> верхнього освітленого шару рідини, переносять її в чисту пробірку, ретельно збовтують і вимірюють оптичну густину в кюветі з товщиною шару 5 мм із зеленим світлофільтром ( $\lambda = 540$  нм) за відношенням до дистильованої води. Ця процедура, тобто відбір освітленої рідини, перемішування та вимірювання оптичної густини, займає близько 3 хв. Рівно через 3 хв відбирають 5 см<sup>3</sup> верхнього шару рідини з другої пробірки переносять її в чисту пробірку, збовтують та вимірюють оптичну густину. Через 3 хв після відбору рідини з другої пробірки аналогічним чином відбирають 5 см<sup>3</sup> рідини з третьої пробірки і т.д., включно пробірку з нульовою пробою, яка не містить поліакриламід.

Побудову градуувального графіка повторюють двічі і за результат визначення приймають середнє арифметичне двох значень оптичної густини. Розбіжність між ними не повинна перевищувати 10%. Будують графік, відкладаючи на осі абсцис масову концентрацію поліакриламід у мг/дм<sup>3</sup>, на осі ординат – оптичну густину. Побудову градуувального графіка проводять заново щоразу, коли визначають масову концентрацію поліакриламід у аналізованій пробі.

### 5. Проведення аналізу.

Одночасно з побудовою градуувального графіка визначають масову концентрацію поліакриламід у аналізованій воді. Для цього в градуйовану пробірку поміщають 19,0 см<sup>3</sup> аналізованої води, рН якої повинен бути в межах 6-8, концентрація кальцію – не менше 60 мг/дм<sup>3</sup>. Додають 1,0 см<sup>3</sup> суспензії каоліну і далі виконують аналіз відповідно до п. 4, повторюючи визначення оптичної густини два рази. За градуувальним графіком знаходять масову концентрацію поліакриламід.

У тому випадку, якщо концентрація кальцію в аналізованій воді не досягає 60 мг/дм<sup>3</sup>, в усі пробірки градуувального графіка і в пробірку з аналізованою водою перед додаванням каоліну додають по 1,0 см<sup>3</sup> розчину хлористого кальцію, і розчини перемішують. Далі аналіз проводять так, як описано вище.

Якщо масова концентрація поліакриламід у досліджуваній пробі перевищує 0,1 мг/дм<sup>3</sup>, відбирають менший об'єм проби і розбавляють її в мірній колбі місткістю 50 см<sup>3</sup> до мітки, потім відбирають 19,0 см<sup>3</sup> цього розбавленого розчину,

переносять його в градуйовану пробірку і визначають масову концентрацію поліакриламід у воді за описаною вище схемою.

### **6. Обробка результатів.**

Масову концентрацію поліакриламід у воді ( $C$ ), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

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

де  $m$  – масова концентрація поліакриламід, знайдена за графіком, мг/дм<sup>3</sup>;

50 – місткість мірної колби, см<sup>3</sup>;

$K$  – поправковий коефіцієнт для приведення концентрації робочого розчину поліакриламід до масової концентрації точно 50 мг/дм<sup>3</sup>; дорівнює уточненій концентрації основного розчину, поділеної на 2500;

$V$  – об'єм проби, взятий для аналізу, см<sup>3</sup>.

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень, розбіжність між якими не повинна перевищувати допустимого розходження, що дорівнює  $\pm 27\%$  в середині та на верхній границі концентрацій поліакриламід; на нижній границі допустиме розходження результатів підвищується до 80%.

*Контрольні питання.*

- 1) З якою ціллю використовують поліакриламід у водопідготовці?
- 2) Яку аналітичну форму фотометрують при визначенні концентрації поліакриламід седиментаційним методом?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Який діапазон вимірювання масової концентрації поліакриламід за даним методом?
- 5) З якою ціллю використовують фоновий (нульовий) розчин?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації поліакриламід у досліджуваній воді.

## Лабораторна робота № 3 ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ ФОСФАТІВ У ПИТНІЙ ВОДІ

### **1. Сутність методу.**

Метод ґрунтується на гідролізі поліфосфатів у кислому середовищі, при якому вони переходять у розчинені ортофосфати та визначаються колориметричним методом у вигляді фосфоромолібденового комплексу, зафарбованого в синій колір. В окремій пробі визначають ортофосфати, що містяться у вихідній воді, вміст яких віднімають від результату, отриманого при визначенні поліфосфатів. Чутливість методу становить – 0,01 мг/дм<sup>3</sup>.

### **2. Апаратура та реактиви.**

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 2-3 см. Термостат із регулятором температури. Електроплитка. Фільтр бумажний «синя стрічка». Посуд

мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1 та 2 з поділками 0,01 см<sup>3</sup> і 5 та 10 см<sup>3</sup> з поділками 0,1 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 50; 100; 1000 см<sup>3</sup>; піпетки мірні місткістю 5; 10; 20; 50 і 100 см<sup>3</sup> без поділок. Стакани скляні лабораторні. Увесь посуд повинний бути оброблений гарячою соляною кислотою і ретельно промитий дистильованою водою.

2.2. Розчин амонію молібденовокислого (2,5% – реактив I, кислий розчин), розчин амонію молібденовокислого (2,45% – реактив II, слабокислий розчин), розчин калію фосфорнокислого однозаміщеного основний (0,5 г/дм<sup>3</sup> PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), кислота соляна, розчин кислоти сірчаної (37%), олово двохлористе, кислота сульфамінова. Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування I робочого стандартного розчину однозаміщеного фосфорнокислого калію.

10 см<sup>3</sup> основного розчину фосфорнокислого калію доводять до 1000 см<sup>3</sup> дистильованою водою, 1 см<sup>3</sup> розчину містить 0,005 мг PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Необхідно застосовувати свіжий розчин.

3.2. Приготування II робочого стандартного розчину однозаміщеного фосфорнокислого калію.

50 см<sup>3</sup> I робочого розчину доводять до 250 см<sup>3</sup> дистильованою водою. 1 см<sup>3</sup> розчину містить 0,001 мг PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>. Необхідно застосовувати свіжий розчин.

3.3. Приготування основного розчину двохлористого олова.

1,95 г кристалічного SnCl<sub>2</sub>·2H<sub>2</sub>O розчиняють у 50 см<sup>3</sup> 13,6%-ної соляної кислоти (18,4 мл 37%-ної HCl, що не містить арсену, доводять до 50 см<sup>3</sup> дистильованою водою). Суспензію ретельно перемішують, зберігають у склянці, покритій всередині шаром парафіну. Перед вживанням суспензію добре перемішують. Суспензія може бути застосована безпосередньо після приготування.

3.4. Приготування робочого розчину двохлористого олова.

2,5 см<sup>3</sup> основного розчину двохлористого олова доводять дистильованою водою до 10 см<sup>3</sup>. Необхідно застосовувати свіжий розчин. Розчин стійкий близько 4 год.

### 4. Побудова калібрувального графіка.

У мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> вносять піпеткою 0,0; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 20,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину фосфорнокислого калію (1 см<sup>3</sup> – 0,001 мг PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>) і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Вміст поліфосфатів у зразкових розчинах буде відповідно дорівнювати: 0,0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,40 мг PO<sub>4</sub><sup>3-</sup> в 1000 см<sup>3</sup> води. У кожену колбу додають 1 см<sup>3</sup> молібденовокислого амонію (реактив I), перемішують і через 5 хв мікропіпеткою вносять 0,1 см<sup>3</sup> робочого розчину двохлористого олова і перемішують. Інтенсивність забарвлення вимірюють через 10-15 хв спектрофотометром при довжині хвилі  $\lambda = 690-720$  нм у кюветах з товщиною шару 2-3 см. З отриманих величин оптичних густин віднімають оптичну густину контрольної проби і результати наносять на графік.

### 5. Проведення аналізу.

5.1. Визначенню заважають залізо при концентрації, що перевищує 1 мг/дм<sup>3</sup>, розчинні силікати більше 25 мг/дм<sup>3</sup>, нітрити. Вплив заліза і силікатів усувається відповідним розбавленням досліджуваної води. Вплив нітритів при концентрації

25 мг/дм<sup>3</sup> усувається додаванням до проби 0,1 г сульфамінової кислоти NH<sub>2</sub>SO<sub>2</sub>OH, яка вноситься до додавання до проби молібденовокислого амонію.

### 5.2. Визначення ортофосфатів.

До 50 см<sup>3</sup> досліджуваної води (без розведення можна визначити не більше 0,4 мг/дм<sup>3</sup> PO<sub>4</sub><sup>3-</sup>), профільтрованої через щільний паперовий фільтр (синя стрічка), вносять ті ж реактиви і у тій же послідовності, що і в зразкові розчини. Отриманий розчин фотометрують. Концентрація ортофосфатів встановлюється за калібрувальним графіком.

### 5.3. Визначення поліфосфатів.

До 100 см<sup>3</sup> досліджуваної води, профільтрованої через щільний паперовий фільтр, або до меншого обсягу, доведеного до 100 мл дистильованою водою, додають 2 см<sup>3</sup> розчину сірчаної кислоти і кип'яють 30 хв. Об'єм досліджуваної води підтримують додаванням дистильованої води в межах 50-90 см<sup>3</sup>. Після охолодження розчину переносять його у мірну колбу місткістю 100 см<sup>3</sup> і доводять об'єм дистильованою водою до мітки. Додають 1 см<sup>3</sup> слабокислого розчину молібденовокислого розчину (реактив II), перемішують і через 5 хв додають 0,1 см<sup>3</sup> робочого розчину двохлористого олова, потім знову перемішують. Через 10-15 хв фотометрують.

## 6. Обробка результатів.

6.1. Вміст неорганічних розчинених ортофосфатів (X), мг/дм<sup>3</sup>, визначають за формулою

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}, \quad (3.3)$$

де C – вміст ортофосфатів, знайдений за калібрувальним графіком, мг/дм<sup>3</sup>;

50 – приведення об'єму досліджуваної води до 50 см<sup>3</sup>;

V – об'єм досліджуваної води, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

6.2. Вміст поліфосфатів, що гідролізують (X1), мг/дм<sup>3</sup>, визначають за формулою

$$X1 = \frac{C_1 \cdot 100}{V} - X, \quad (3.4)$$

де C<sub>1</sub> – вміст поліфосфатів, знайдений за калібрувальним графіком, мг/дм<sup>3</sup>;

100 – приведення об'єму досліджуваної води до 100 см<sup>3</sup>;

V – об'єм досліджуваної води, взятий для визначення, см<sup>3</sup>.

Допустима розбіжність між повторними визначеннями поліфосфатів – 0,01 мг/дм<sup>3</sup>, якщо вміст їх не перевищує 0,07 мг/дм<sup>3</sup>, при більш високому їх вмісті – 15% відн.

*Контрольні питання.*

1) Які сполуки фосфору аналізують у лабораторній роботі?

2) Яку аналітичну форму фотометрують при визначенні концентрації сполук фосфору?

3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?

4) Яка верхня границя вимірювання концентрації ортофосфатів за даним методом?

- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації ортофосфатів за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації ортофосфатів та поліфосфатів у досліджуваній воді.
- 10) З якою ціллю необхідно контролювати кількість фосфатів у воді?

## Лабораторна робота № 4 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ АМІАКУ ТА ІОНІВ АМОНІЮ (СУМАРНО)

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на здатності аміаку та іонів амонію утворювати забарвлену в жовто-коричневий колір сполуку з реактивом Несслера. Інтенсивність забарвлення розчину, пропорційна масовій концентрації аміаку та іонів амонію, вимірюється на спектрофотометрі при довжині хвилі 400-425 нм.

Нижня межа виявлення 0,05 міліграм  $\text{NH}_4^+$  у 1  $\text{дм}^3$ . При вмісті у воді  $\text{NH}_4^+$  більше 3  $\text{мг/дм}^3$  пробу слід розбавляти. Відносна помилка визначення  $\pm 5\%$ .

Вплив залишкового активного хлору усувають додаванням еквівалентної кількості сірчаватистокиислового натрію; жорсткості – додаванням розчину виннокислового калію-натрію; великої кількості заліза, кольоровості і каламутності – освітленням розчину гідроокисом алюмінію.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 1; 2; 5 см. Фільтри беззолні «синя стрічка» діаметром 5,5 см. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1; 2 та 5  $\text{см}^3$  з поділками 0,01-0,1  $\text{см}^3$  та піпетки мірні без поділок місткістю 5; 10; 25; 50  $\text{см}^3$ ; колби мірні місткістю 50; 100 та 1000  $\text{см}^3$ .

2.2. Розчин аміаку водний (25%), галуни алюмоамонійні (алюміній-амоній сірчанокислий), галуни алюмокалієві (алюміній-калій сірчанокислий), розчин амонію хлористого основний (1  $\text{г/дм}^3 \text{NH}_4^+$ ), розчин калію-натрію виннокислового (0,05%), розчин натрію сірчаватистокиислового (0,01 н.), реактив Несслера. Всі реактиви повинні бути кваліфікації х.ч. або ч. д. а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину хлористого амонію.

50  $\text{см}^3$  основного розчину хлористого амонію переносять у мірну колбу місткістю 1000  $\text{см}^3$  та доводять до мітки безаміачною дистильованою водою. В 1  $\text{см}^3$  цього розчину міститься 0,05  $\text{мг NH}_4^+$ . Розчин використовують свіжим.

3.2. Приготування суспензії гідроксиду алюмінію.

25 г алюмоамонійних галунів  $\text{NH}_4\text{Al}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  або алюмокалієвих галунів  $\text{KAl}(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$  розчиняють у 1  $\text{дм}^3$  дистильованої води. Потім розчин підігривають до  $60^\circ\text{C}$  і поступово, при постійному помішуванні, додають 55  $\text{см}^3$  концентрованого розчину аміаку. Після відстоювання протягом 1 год осад переносять у великий

стакан і промивають декантацією дистильованою водою до відсутності в промивній воді аміаку, хлоридів і нітратів.

### 3.3. Приготування безаміачної дистильованої води.

Дистильована вода перевіряється на вміст аміаку (до 5 см<sup>3</sup> води додають 0,1 см<sup>3</sup> реактиву Несслера). При виявленні аміаку (спостерігається жовтувате забарвлення) дистильовану воду пропускають через колонку з активованим вугіллям марки БАУ, катіонітом у Н<sup>+</sup>-формі або кип'ятять у колбі до зменшення об'єму на 1/3. Перевіряють на відсутність аміаку та іонів амонію.

На цій воді готують реактиви і її використовують при аналізі для розбавлення проби.

### 4. Побудова калібрувального графіка.

Для приготування стандартних розчинів у мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> додають 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину хлористого амонію та доводять об'єм до мітки безаміачною водою. Отримують розчини із вмістом 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 1,5; 2,0; 3,0 мг/дм<sup>3</sup> NH<sub>4</sub><sup>+</sup>. Далі проводять аналіз та фотометрують таким же чином, як при аналізі проби води (п. 5). За результатами розраховують рівняння регресії або строять градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис масові концентрації іонів амонію в мг/дм<sup>3</sup>, а по осі ординат – відповідні значення оптичної густини.

### 5. Проведення аналізу.

При вмісті у воді активного залишкового хлору в кількості більше 0,5 мг/дм<sup>3</sup> додають еквівалентну кількість розчину сірчаватистоокислого натрію (визначається в окремій порції води за ГОСТ 18190-72).

Каламутна або кольорова (при кольоровості вище 20°) вода піддається коагуляції гідроокисом алюмінію: на 250-300 см<sup>3</sup> досліджуваної води додають 2-5 см<sup>3</sup> суспензії гідроокису алюмінію, струшують, після освітлення відбирають прозорий шар для аналізу. При необхідності воду з коагулянтном фільтрують через беззольний фільтр «синя стрічка», заздалегідь промитий гарячою безаміачною водою до відсутності у фільтраті іонів амонію. При фільтруванні проби перші порції фільтрату відкидають.

До 50 см<sup>3</sup> досліджуваної або освітленої проби (вміст NH<sub>4</sub><sup>+</sup> в об'ємі проби не повинний перевищувати 0,15 мг) додають 1 см<sup>3</sup> розчину виннокислого калію-натрію, перемішують, потім додають 1 см<sup>3</sup> реактиву Несслера та знову перемішують. Через 10 хв фотометрують при довжині хвилі 400-425 нм по відношенню до розчину порівняння (безаміачної води, в яку додані ті ж реактиви, що і в пробу). Масову концентрацію аміаку та іонів амонію знаходять за градувальним графіком.

### 6. Обробка результатів.

Масову концентрацію аміаку та іонів амонію (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}, \quad (3.5)$$

де C – масова концентрація, знайдена за калібрувальним графіком, мгNH<sub>4</sub><sup>+</sup>/дм<sup>3</sup>;

50 – об'єм стандартного розчину, см<sup>3</sup>;  
V – об'єм проби, взятої для аналізу, см<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

- 1) Які сполуки азоту аналізують у лабораторній роботі?
- 2) З яким реактивом іони амонію утворюють аналітичну форму для проведення фотометрування?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Які границі вимірювання концентрації іонів амонію за даним методом?
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації іонів амонію за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 6) З якою ціллю використовують реактив Несслера?
- 7) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 8) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 9) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 10) Проведіть визначення концентрації іонів амонію у досліджуваній воді.
- 11) Розрахуйте кількість сухого Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>3</sub> для виготовлення 100 см<sup>3</sup> 0,01 н. розчину натрію сіркуватистоокислого.

## Лабораторна робота № 5 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ НІТРИТІВ

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на здатності нітриту діазотувати сульфанілову кислоту і на утворенні червоно-фіолетового фарбника діазосполуки з 1-нафтіламіном. Інтенсивність забарвлення, пропорційна вмісту нітриту, вимірюється на спектрофотометрі при довжині хвилі 520 нм.

Нижня межа виявлення 0,003 мг/дм<sup>3</sup> нітриту. При вмісті у воді нітриту більше 0,3 мг/дм<sup>3</sup> пробу слід розбавляти. Відносна помилка визначення ±5%.

Вплив каламутності і кольоровості води усувають освітленням проби гідроокисом алюмінію.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 1; 2; 5 см. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1; 2 та 5 см<sup>3</sup> з поділками 0,01-0,1 см<sup>3</sup> та піпетки мірні без поділок місткістю 5; 10; 25 та 50 см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю 50; 100 та 1000 см<sup>3</sup>.

2.2. Розчин аміаку водний (25%), галуни алюмоамонійні (алюміній-амоній сірчаноокислий), галуни алюмокалієві (алюміній-калій сірчаноокислий), розчин кислоти оцтової (12%), розчин натрію азотистоокислого основний (1 г/дм<sup>3</sup> нітриту), розчин натрію сіркуватистоокислого (0,01 н.), розчин реактиву Грісса в оцтовій кислоті (10%), хлороформ. Всі реактиви повинні бути кваліфікації х.ч. або ч. д. а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину азотистоокислого натрію.

1 см<sup>3</sup> основного розчину азотистоокислого натрію переносять у мірну колбу місткістю 1000 см<sup>3</sup> та доводять до мітки дистильованою водою. В 1 см<sup>3</sup> цього розчину міститься 0,001 мг нітритів. Розчин використовують свіжим.



3.2. Див. Л. р. № 4, п. 3.2.

#### 4. Побудова калібрувального графіка

Для приготування стандартних розчинів у мірні колби місткістю 50 см<sup>3</sup> додають 0,0; 0,1; 0,2; 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 см<sup>3</sup> робочого стандартного розчину азотистокислового натрію та доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Отримують розчини із вмістом 0,0; 0,002; 0,004; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм<sup>3</sup> нітритів. Далі проводять аналіз та фотометрують таким же чином, як при аналізі проби (п. 5). За результатами розраховують рівняння регресії або строять градувальний графік, відкладаючи по осі абсцис масові концентрації нітритів в мг/дм<sup>3</sup>, а по осі ординат – відповідні значення оптичної густини.

#### 5. Проведення аналізу.

Мутну та кольорову воду перед аналізом знебарвлюють (див. л. р. № 4, п. 5).

До 50 см<sup>3</sup> досліджуваної або освітленої проби (вміст нітритів в об'ємі проби не повинний перевищувати 0,3 мг) додають 2 см<sup>3</sup> розчину реактиву Грісса, перемішують. Через 40 хв (або через 10 хв при нагріванні проби на водяній бані при температурі 50-60°C) фотометрують при довжині хвилі 520 нм по відношенню до розчину порівняння (дистильована вода із доданим реактивом Грісса). Масову концентрацію нітритів знаходять за градувальним графіком, або за рівнянням регресії.

#### 6. Обробка результатів.

Масову концентрацію нітритів (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$X = \frac{C \cdot 50}{V}, \quad (3.6)$$

де C – масова концентрація нітритів, знайдена за калібрувальним графіком, мг/дм<sup>3</sup>;

50 – об'єм стандартного розчину, см<sup>3</sup>;

V – об'єм проби, взятої для аналізу, см<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

- 1) Які сполуки азоту аналізують у лабораторній роботі?
- 2) Яку аналітичну форму, що містить азот, використовують при фотометруванні для визначення нітритів?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Які границі вимірювання концентрації нітритів за даним методом?
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації нітритів за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації нітритів у досліджуваній воді.

Лабораторна робота № 6  
ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ НІТРАТІВ ПРИ ВЗАЄМОДІЇ  
З ФЕНОЛДИСУЛЬФОКИСЛОТОЮ

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на реакції нітратів з фенолдисульфоною кислотою з утворенням нітропохідних фенолу, які із лугами утворюють сполуки, зафарбовані у жовтий колір. Чутливість методу  $0,1 \text{ мг/дм}^3$  нітратного азоту.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 1-5 см. Баня водяна. Електроплитка. Чашки форфорові випарювальні місткістю  $150\text{-}200 \text{ см}^3$ . Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $1\text{-}2 \text{ см}^3$  з поділками  $0,01 \text{ см}^3$  та  $5\text{-}10 \text{ см}^3$  з поділками  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю  $50; 100; 500$  та  $1000 \text{ см}^3$ ; циліндри вимірювальні місткістю  $10 \text{ см}^3$ . Стакани скляні. Циліндри колориметричні скляні місткістю  $50 \text{ см}^3$ . Палички скляні.

2.2. Розчин аміаку водний, розчин калію азотнокислого основний ( $0,1 \text{ г/дм}^3$  нітратного азоту), галуни алюмоамонійні (алюміній-амоній сірчаноокислий), галуни алюмокалієві (алюміній-калій сірчаноокислий), кислота сірчана, фенол кристалічний, хлороформ, розчин срібла сірчаноокислого ( $0,44\%$ ), розчин фенолдисульфої кислоти ( $100 \text{ г фенолу/л сірчаної кислоти}$ ). Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч. д. а. і не повинні містити домішок нітратів.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину азотнокислого калію.

$50 \text{ см}^3$  основного розчину азотнокислого калію упарюють досуха на водяній бані, потім до охолодженого сухого залишку додають  $2 \text{ см}^3$  фенолдисульфої кислоти та ретельно перетирають скляною паличкою до повного перемішування із сухим залишком. Далі додають кілька кубічних сантиметрів дистильованої води, кількісно переносять у мірну колбу місткістю  $500 \text{ см}^3$  та доводять об'єм до мітки дистильованою водою.  $1 \text{ см}^3$  цього розчину містить  $0,01 \text{ мг}$  нітратного азоту.

3.2. Див. Л. р. № 4, п. 3.2.

### 4. Побудова калібрувального графіка.

Для приготування стандартних розчинів у колориметричні циліндри місткістю  $50 \text{ см}^3$  додають  $0,0; 0,5; 0,7; 1,0; 1,5; 2,0; 3,5; 6,0; 10; 20$  та  $30 \text{ см}^3$  робочого стандартного розчину азотнокислого калію ( $1 \text{ см}^3 - 0,01 \text{ мг}$  нітратного азоту), що відповідає вмісту нітратного азоту в розчинах, відповідно,  $0,0; 0,1\text{...}6,0 \text{ мг/дм}^3$ . У кожен циліндр додають по  $2 \text{ см}^3$  фенолдисульфої кислоти і  $5\text{-}6 \text{ см}^3$  луку ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ) до максимального розвитку забарвлення. Об'єм розчину у циліндрах доводять дистильованою водою до мітки та перемішують. Розчини можуть зберігатися кілька тижнів без зміни кольору.

Оптичну густину забарвлених розчинів вимірюють за допомогою спектрофотометра, використовуючи синій світлофільтр ( $\lambda=480 \text{ нм}$ ) і кювети з товщиною робочого шару 1-5 см. З отриманих величин віднімають оптичну густину нульової проби і результати наносять на графік.

## 5. Проведення аналізу.

Визначенню заважають хлориди з концентрацією, що перевищує 10 мг/дм<sup>3</sup>. Їхній вплив усувають у ході аналізу додаванням розчину сірчаноокислого срібла. При вмісті нітритів у концентрації більше 0,7 мг/дм<sup>3</sup> отримають завищені результати. Визначенню заважає кольоровість води (більше ніж 20-25°). В цьому випадку до 150 см<sup>3</sup> досліджуваної води додають 3 см<sup>3</sup> суспензії гідроокису алюмінію, пробу ретельно перемішують та після відстоювання протягом декількох хвилин осад відфільтровують, першу порцію фільтрату відкидають. Для аналізу відбирають 10 або 100 см<sup>3</sup> прозорої води або фільтрату (вміст нітратного азоту у цьому об'ємі не повинний перевищувати 0,6 мг), додають розчин сірчаноокислого срібла в кількості, еквівалентній вмісту хлор-іона у досліджуваній пробі. Випарюють у фарфоровій чашці на водяній бані насухо (осад хлориду срібла відфільтровують у тому випадку, коли вміст Cl<sup>-</sup> перевищує 15 мг в досліджуваному об'ємі). Після охолодження сухого залишку додають у чашку 2 см<sup>3</sup> розчину фенолдисульфонової кислоти і негайно розтирають скляною паличкою до повного змішування із сухим залишком. Додають 20 см<sup>3</sup> дистильованої води і близько 5-6 см<sup>3</sup> концентрованого розчину аміаку. Забарвлений розчин переносять у колориметричний циліндр місткістю 50 см<sup>3</sup> і доводять дистильованою водою до мітки. Порівняння забарвлення досліджуваної проби проводять фотометричним методом, вимірюючи оптичну густину забарвленого розчину досліджуваної проби в тих же умовах, як при побудові калібрувальної кривої.

## 6. Обробка результатів.

Вміст нітратів (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою в перерахунку на азот нітратний

$$X = \frac{C \cdot V_1}{V}, \quad (3.7)$$

де C – вміст нітратів, знайдений за калібрувальним графіком, мг/дм<sup>3</sup>;

V<sub>1</sub> – об'єм забарвленої проби (50 см<sup>3</sup>);

V – об'єм проби, взятої для аналізу, 50 см<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

- 1) Які сполуки азоту аналізують у лабораторній роботі?
- 2) Які сполуки азоту утворюють аналітичну форму, що використовують при фотометруванні для визначення нітратів?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації нітратів?
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації нітратів за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації нітратів у досліджуваній воді.

Лабораторна робота № 7  
ВИЗНАЧЕННЯ КІЛЬКОСТІ НІТРАТІВ ПРИ ВЗАЄМОДІЇ З  
САЛІЦИЛОВОКИСЛИМ НАТРІЄМ

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на реакції нітратів з саліциловокислим натрієм у присутності сірчаної кислоти з утворенням солі нітросаліцилової кислоти, зафарбованої у жовтий колір. Чутливість методу  $0,1 \text{ мг/дм}^3$  нітратного азоту.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару 1-5 см. Баня водяна. Чашки фарфорові випарювальні. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю 1 та  $10 \text{ см}^3$  з поділками, відповідно,  $0,01$  та  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю 50 та  $100 \text{ см}^3$ ; пробірки з відміткою на  $10 \text{ см}^3$  та притертою пробкою. Палички скляні.

2.2. Кислота сірчана, розчин натрію гідроксиду (10 Н), кобальт хлористий, розчин калію азотнокислого основний ( $0,1 \text{ г/дм}^3$  нітратного азоту), розчин срібла сірчанокислого (0,44%), розчин калію-натрію виннокислого (30%), натрій саліциловокислий. Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а. і не повинні містити домішок нітратів.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого стандартного розчину азотнокислого калію.

$10 \text{ см}^3$  основного розчину азотнокислого калію розбавляють у мірній колбі дистильованою водою до  $100 \text{ см}^3$ .  $1 \text{ см}^3$  цього розчину містить  $0,01 \text{ мг}$  нітратного азоту. Застосовують свіжий розчин.

3.2. Приготування 0,5 %-ного розчину натрію саліциловокислого.

$0,5 \text{ г}$  саліциловокислого натрію розчиняють у  $100 \text{ см}^3$  дистильованої води. Застосовують свіжий розчин.

### 4. Побудова калібрувального графіка.

Для приготування стандартних розчинів у колориметричні пробірки з відміткою на  $10 \text{ см}^3$  відбирають  $0,0$ ;  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $3,0$ ;  $4,0$ ;  $6,0$  і  $10 \text{ см}^3$  робочого стандартного розчину азотнокислого калію ( $1 \text{ см}^3$ — $0,01 \text{ мг}$  нітратного азоту) і доводять дистильованою водою до позначки. Вміст нітратного азоту в розчинах, відповідно, дорівнює  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $3,0$ ;  $4,0$ ;  $6,0$ ;  $10,0 \text{ мг/дм}^3$ . Потім розчини переносять у фарфорові чашки, додають по  $1 \text{ см}^3$  розчину саліциловокислого натрію і випарюють на водяній бані насухо. Сухий залишок обробляють так само, як описано при аналізі проби досліджуваної води (п. 5). Оптичну густину забарвлених розчинів вимірюють за допомогою спектрофотометра, використовуючи фіолетовий світлофільтр і кювети з товщиною робочого шару 1-5 см. З отриманих величин віднімають оптичну густину нульової проби і результати наносять на графік.

### 5. Проведення аналізу.

Визначенню заважають: кольоровість води, вплив якої усувається так само, як і в методі з фенолдисульфокислотою (див. л. р. 6, п. 5); хлориди з концентрацією, що перевищує  $200 \text{ мг/дм}^3$ , які відокремлюють додаванням розчину сірчанокислого срібла до  $100 \text{ см}^3$  досліджуваної води в кількості, еквівалентній вмісту хлор-іона (осад хлориду срібла фільтрують або відокремлюють центрифугуванням); нітрити в

концентрації 1-2 мг/дм<sup>3</sup> і залізо в концентрації більше 0,5 мг/дм<sup>3</sup>. Вплив заліза може бути усунений додаванням 8-10 крапель розчину калію-натрію виннокислого перед випаровуванням води у фарфоровій чашці.

10 см<sup>3</sup> досліджуваної води поміщають у фарфорову чашку. Додають 1 см<sup>3</sup> розчину саліциловокислого натрію і випарюють на водяній бані насухо. Після охолодження сухий залишок зволожують 1 см<sup>3</sup> концентрованої сірчаної кислоти, ретельно розтирають його скляною паличкою і залишають на 10 хв. Потім додають 5-10 см<sup>3</sup> дистильованої води і кількісно переносять у мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup>. Додають 7 см<sup>3</sup> розчину гідроксиду натрію, доводять об'єм дистильованою водою до мітки і перемішують. Протягом 10 хв після додавання гідроксиду натрію забарвлення не змінюється. Порівняння інтенсивності забарвлення досліджуваної проби проводять фотометричним методом, вимірюючи оптичну густину розчину з фіолетовим світлофільтром у кюветах з товщиною робочого шару 1-5 см. Із знайдених значень оптичної густини віднімають оптичну густину нульової проби і за калібрувальним графіком знаходять вміст нітратів.

#### **6. Обробка результатів.**

Вміст нітратів (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою в перерахунку на азот нітратний

$$X = C, \quad (3.8)$$

де C – вміст нітратів, знайдений за графіком, мг/дм<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

- 1) Які сполуки азоту аналізують у лабораторній роботі?
- 2) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення нітратів?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації нітратів?
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації нітратів за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градууювального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації нітратів у досліджуваній воді.
- 10) Розрахуйте кількість сухого NaOH для виготовлення 100 см<sup>3</sup> 10 N розчину натрію гідроксиду.

## Лабораторна робота № 8 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ МИШ'ЯКУ

### **1. Сутність методу.**

Метод визначення масової концентрації миш'яку ґрунтується на відновленні воднем у момент його утворення усіх присутніх у воді форм миш'яку до леткого миш'яковистого водню (арсину) і взаємодії арсину з розчином йоду з утворенням арсенат-іона, який визначається фотометрично у вигляді миш'яково-молібденової сині при довжині хвилі 840 або 750 нм.

Межа визначення миш'яку становить  $0,005 \text{ мг/дм}^3$  при об'ємі проби  $100 \text{ см}^3$ . Діапазон вимірюваних концентрацій  $0,01-0,1 \text{ мг/дм}^3$ .

## 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр, що забезпечує вимірювання при  $840 \text{ нм}$  (оптимальна довжина хвилі) або  $750 \text{ нм}$  (допустима довжина хвилі). Кювети з товщиною робочого шару  $2,0 \text{ см}$ . Ваги лабораторні загального призначення. Баня водяна. Ступка фарфорова, діаметр  $75 \text{ мм}$ . Пробки гумові № 16 і 19. Вата медична гігроскопічна. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $1; 5$  та  $10 \text{ см}^3$  з поділками, відповідно,  $0,01$  та  $0,1 \text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю  $100; 500$  та  $1000 \text{ см}^3$ ; пробірки з відміткою на  $10 \text{ см}^3$  та притертою пробкою; циліндри мірні місткістю  $25$  та  $100 \text{ см}^3$ . Стакани скляні місткістю  $250 \text{ см}^3$ . Прилад скляний для відгонки та поглинання миш'яку у двох варіантах (рис. 3.2 та 3.3).

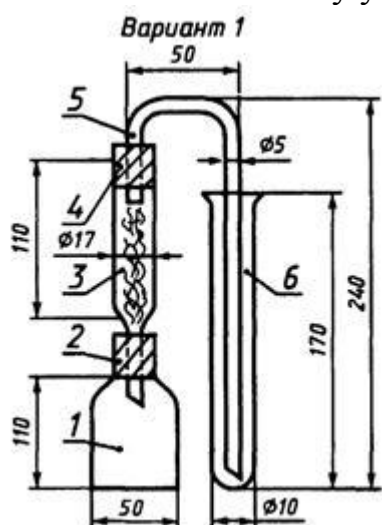


Рисунок 3.2 – Прилад скляний для поглинання миш'яку (Варіант 1)

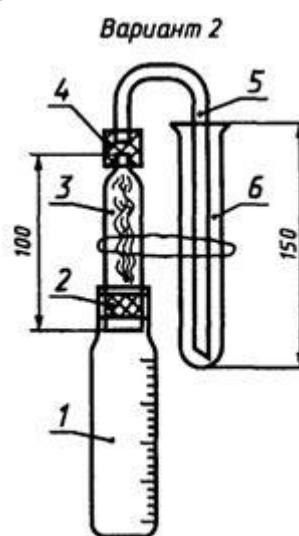


Рисунок 3.3 – Прилад скляний для поглинання миш'яку (Варіант 2)

**Варіант 1.** Прилад складається з реакційної посудини  $1$  місткістю  $140-150 \text{ см}^3$ , у яку додають аналізовану пробу води. У посуд за допомогою гумової пробки  $2$  вставляють трубку  $3$ , яку нещільно заповнюють ватою, просоченою оцтовокислим свинцем для усунення дії сірководню, який також реагує з розчином йоду. Трубку  $3$  з'єднують з колбою  $6$  місткістю  $10-12 \text{ см}^3$  за допомогою гумової пробки  $4$  і скляної трубочки  $5$ . У пробірку  $6$  наливають водний розчин йоду для поглинання та окислення арсину.

**Варіант 2.** В якості реакційної посудини використовують молочні пляшечки  $1$  з вузьким горлом. У пляшечку вставляється трубка  $3$  із надітим на неї м'яким гумовим шлангом  $2$  довжиною  $2-3 \text{ см}$  (верхня чи нижня частини піпетки місткістю  $10 \text{ см}^3$  з поділками). До верхнього кінця трубки  $3$  приєднують за допомогою гумового шланга короткий кінець (1-2 см) трубочки  $5$ , зігнутої буквою «П». Довгий кінець трубочки  $5$  з витягнутим кінчиком опускають майже до дна в пробірку  $6$  з водним розчином йоду.

Зібраний повністю прилад при проведенні аналізу перевіряють на герметичність у місцях з'єднання його частин гумовими пробками  $2$  і  $4$  або

гумовими шлангами, змочуючи їх мильною піною. Після цього позначають всі деталі і надалі збирають прилад, використовуючи тільки ці підігнані деталі.

2.2. Розчин натрій миш'яковокислого двозамісний основний ( $100 \text{ мкг/см}^3$  миш'яку), розчин йоду водний основний ( $0,05 \text{ Н}$ ), розчин амонію молібденовокислого тетрагідрату (1%), кислота соляна (густина  $1,19 \text{ г/см}^3$ ), кислота оцтова, кислота аскорбінова, розчин калію йодистого (15%), розчин олова хлористого 2-водневого в соляній кислоті (25%), розчин свинцю оцтовокислого (1,2 %), цинк гранульований (без миш'яку).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### **3. Приготування розчинів.**

3.1. Приготування робочого градуювального розчину миш'яку з масовою концентрацією  $10 \text{ мкг/см}^3$ .

$10 \text{ см}^3$  основного розчину миш'яковокислого двозамісного натрію поміщають у мірну колбу місткістю  $100 \text{ см}^3$  і доводять розчин дистильованою водою до позначки. Розчин готують у день побудови градуювального графіка.

3.2. Приготування робочого розчину йоду з молярною концентрацією  $0,0005 \text{ моль/дм}^3$ .

$10 \text{ см}^3$  основного розчину йоду поміщають у мірну колбу місткістю  $1000 \text{ см}^3$  і доводять розчин дистильованою водою до позначки. Розчин використовують і готують безпосередньо перед роботою.

3.3. Приготування розчину аскорбінової кислоти.

$0,13 \text{ г}$  аскорбінової кислоти розчиняють у  $8 \text{ см}^3$  дистильованої води. Цей розчин відразу ж використовують для приготування змішаного реактиву.

3.4. Приготування змішаного реактиву.

$17 \text{ см}^3$  розчину молібденовокислого амонію змішують з  $8 \text{ см}^3$  розчину аскорбінової кислоти. Суміш перемішують. Реактив можна зберігати 2 доби в холодильнику.

### **4. Побудова градуювального графіка.**

4.1. Для приготування стандартних розчинів у пробірки із шліфованими пробками місткістю  $10 \text{ см}^3$  відбирають  $0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 \text{ см}^3$  робочого градуювального розчину миш'яку (це відповідає  $0,0; 1,0; 2,0; 4,0; 6,0; 8,0; 10,0 \text{ мкг}$  миш'яку або в розрахунку на  $100 \text{ см}^3$  аналізованої проби  $0,0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100 \text{ мг/дм}^3$  миш'яку), додають відповідно  $2,0; 1,9; 1,8; 1,6; 1,4; 1,2; 1,0 \text{ см}^3$  дистильованої води і по  $6,0 \text{ см}^3$  робочого градуювального розчину йоду і через 1-2 хв додають по  $2,0 \text{ см}^3$  змішаного реактиву. Вміст пробірок ретельно перемішують і опускають пробірки в киплячу водяну баню на 5 хв так, щоб рівень води в бані був трохи вищий за рівень розчинів у пробірках. Потім пробірки з розчинами охолоджують під струменем холодної води до кімнатної температури і вимірюють оптичну густина розчинів у кюветі з відстанню між робочими гранями  $2,0 \text{ см}$  при довжині хвилі  $840$  або  $750 \text{ нм}$  відносно нульового розчину. Всі операції і вимірювання оптичної густини повторюють ще два рази і обчислюють середнє значення результатів оптичної густини для кожного з градуювальних розчинів. Будують графік, відкладаючи по осі абсцис значення концентрації миш'яку в  $\text{мг/дм}^3$ , а по осі ординат – середнє значення оптичної густини, або за отриманими результатами розраховують рівняння регресії.

Такий спосіб побудови градувального графіка використовують у тому випадку, якщо є гарантія герметичності всіх вузлів з'єднання приладу для відгону і поглинання миш'яку.

4.2. Якщо використовують прилад, зображений на рис. 2, то серію градувальних розчинів проводять через весь хід аналізу. У реакційну посудину (1) поміщають 0,0; 0,1; 0,2; 0,4; 0,6; 0,8; 1,0 см<sup>3</sup> робочого градувального розчину миш'яку і доливають по 100 см<sup>3</sup> дистильованої води (концентрація миш'яку в пробі відповідно дорівнює 0,0; 0,010; 0,020; 0,040; 0,060; 0,080; 0,100 мг/дм<sup>3</sup>). Проби далі обробляють, як зазначено в розділі 5. Аналіз з серією градувальних розчинів повторюють ще два рази і обчислюють середні значення оптичної густини цих розчинів. Будують графік залежності оптичної густини від концентрації миш'яку або розраховують рівняння регресії.

Градуваний графік слід перевіряти для кожної нової партії реактивів.

### **5. Проведення аналізу.**

У пробірку 6 з попередньо зібраного приладу (рис. 3.2 та 3.3) наливають 6,0 см<sup>3</sup> робочого градувального розчину йоду з молярною концентрацією 0,0005 моль/дм<sup>3</sup> і опускають у розчин трубочку 5, кінець якої повинен доходити майже до дна пробірки. Інший кінець трубочки 5 вже заздалегідь повинен бути ретельно з'єднаний з трубкою 3, яка заповнена ватою, просоченою оцтовокислим свинцем. У реакційну посудину 1 поміщають 100 см<sup>3</sup> проби води, додають 10 см<sup>3</sup> концентрованої сірчаної кислоти, 6 см<sup>3</sup> розчину йодистого калію, 1 см<sup>3</sup> розчину хлористого олова, суміш перемішують, відразу ж вносять у посудину 5 г гранульованого цинку і швидко герметизують посудину, вставляючи гумову пробку 2 і з'єднуючи таким чином посудину з іншою частиною приладу. Реакцію відновлення миш'яку та поглинання арсину проводять протягом не менше 60 хв, після чого пробірку 6 з арсенатом, що утворився в поглинаючому розчині, від'єднують від приладу, переносять розчин в пробірку з шліфованою пробкою, обмивають кінець трубочки 5 і пробірку 6 невеликою порцією дистильованої води, зливаючи її в ту ж пробірку. Додають 2,0 см<sup>3</sup> змішаного реактиву, доводять розчин дистильованою водою до 10 см<sup>3</sup>, ретельно перемішують розчин і опускають пробірку в киплячу водяну баню на 5 хв. Після охолодження пробірки під струменем холодної води до кімнатної температури розчин фотометрують відносно розчину нульового досліду, проведеного за тією ж схемою зі 100 см<sup>3</sup> дистильованої води.

### **6. Обробка результатів.**

За градувальним графіком або за рівнянням регресії знаходять масову концентрацію миш'яку у воді в мг/дм<sup>3</sup>. За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу.
- 2) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення миш'яку?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації миш'яку?
- 5) Які речовини заважають визначенню концентрації миш'яку за даним методом і як усувають їх шкідливу дію на аналіз?



- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градуювального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації миш'яку у досліджуваній воді.
- 10) Розрахуйте кількість  $I_2$  для виготовлення  $100\text{ см}^3$   $0,05\text{ Н}$  водного розчину йоду.
- 11) Наведіть формулу для приготування  $1000\text{ см}^3$  робочого розчину йоду з молярною концентрацією  $0,0005\text{ моль/дм}^3$  з основного розчину йоду.

## Лабораторна робота № 9 ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ПОВЕРХНЕВО-АКТИВНИХ РЕЧОВИН

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на утворенні в лужному середовищі асоціатів аніонних поверхнево-активних речовин (АПАВ) з метиленовим синім і екстракції цих асоціатів хлороформом з наступною обробкою отриманого екстракту кислотою для усунення чинників, що заважають, і визначенні концентрації АПАВ за оптичною густиною отриманого екстракту.

Визначають масову концентрацію аніонних поверхнево-активних речовин у питній воді в діапазоні концентрацій  $0,015\text{-}0,25\text{ мг/дм}^3$ .

Допускається використовувати метод для визначення поверхнево-активних речовин у воді поверхневих та підземних джерел господарсько-питного водопостачання.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару  $2,0\text{ см}$ . Ваги лабораторні загального призначення. Папір індикаторний універсальний. рН-метр лабораторний з межею допустимих значень основної абсолютної похибки  $\pm 0,1$  од. рН. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $5$  та  $10\text{ см}^3$  з поділками  $0,1\text{ см}^3$ ; колби мірні місткістю  $25$ ;  $50$ ;  $100$  та  $1000\text{ см}^3$ ; циліндри мірні місткістю  $5$ ;  $10$ ;  $100$  та  $1000\text{ см}^3$ . Стакани хімічні місткістю  $1000$  та  $2000\text{ см}^3$ . Лійки ділильні місткістю  $250\text{ см}^3$ .

2.2. Розчин АПАВ ( $100\text{ мг/дм}^3$  додецилсульфату натрію), хлороформ, кислота сірчана (густина  $1,83\text{ г/см}^3$ ), кислота азотна, розчин буферний фосфатний (рН=10), розчин метиленового синього нейтральний ( $0,035\%$ ), розчин метиленового синього кислий ( $0,035\%$ ).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації х.ч. або ч. д. а.

### 3. Приготування розчинів.

#### 3.1. Стандартний розчин АПАВ.

Стандартний розчин АПАВ масової концентрації  $1,0\text{ мг/дм}^3$  готують розведенням  $10\text{ см}^3$  розчину АПАВ концентрації  $100\text{ мг/дм}^3$  у мірній колбі місткістю  $1000\text{ см}^3$ , доводячи об'єм розчину до мітки дистильованою водою.

Розчин використовують у день приготування.

#### 4. Побудова градуювального графіка.

4.1. Для приготування градуювальних розчинів АПАВ у  $6$  мірних колб місткістю  $100\text{ см}^3$  додають  $0,0$ ;  $1,0$ ;  $2,0$ ;  $5,0$ ;  $10,0$ ;  $25,0\text{ см}^3$  стандартного розчину АПАВ і доводять об'єми розчинів у кожній колбі до мітки дистильованою водою.

Масова концентрація додецилсульфату натрію в приготованих градувальних розчинах складає, відповідно, 0; 0,01; 0,02; 0,05; 0,1 і 0,25 мг/дм<sup>3</sup>. Градувальні розчини використовують у день приготування. Далі градувальні розчини АПАВ обробляють відповідно до пункту 5. Оптичну густину розчинів вимірюють на спектрофотометрі в кюветі з товщиною шару 3,0 см при довжині хвилі 650 нм відносно нульового розчину (дистильована вода оброблена відповідно п.4 та 5). Всі операції і вимірювання оптичної густини повторюють два рази і обчислюють середнє значення результатів оптичної густини для кожного з градувальних розчинів. Будують градувальний графік, що виражає залежність оптичної густини від масової концентрації АПАВ (мг/дм<sup>3</sup>). Значення оптичної густини екстракту нульової проби відносно хлороформу при використанні кювети товщиною шару 30 мм не повинно перевищувати 0,06.

Градуваний графік слід перевіряти для кожної нової партії реактивів, але не рідше ніж 1 раз на 3 місяці.

### 5. Проведення аналізу.

100 см<sup>3</sup> випробуваного розчину поміщають в ділильну лійку місткістю 250 см<sup>3</sup>, піпеткою додають 10 см<sup>3</sup> фосфатного буферного розчину і 5 см<sup>3</sup> нейтрального розчину метиленового синього. Вміст лійки перемішують і додають 10 см<sup>3</sup> хлороформу. Суміш енергійно струшують протягом 2 хв і після розшарування фаз нижній шар зливають в іншу ділильну лійку, яка містить 100 см<sup>3</sup> дистильованої води і 5 см<sup>3</sup> кислого розчину метиленового синього. Вміст другої лійки струшують протягом 1 хв і залишають для розшарування фаз, потім нижній шар зливають у мірну колбу місткістю 25 см<sup>3</sup> через лійку з ватою, змоченою хлороформом. У першу ділильну лійку знову наливають 10 см<sup>3</sup> хлороформу і повторюють екстрагування. Нижній шар зливають в одну і ту ж мірну колбу.

У першу ділильну лійку додають 5 см<sup>3</sup> хлороформу і повторюють операції екстрагування. Об'єднані в мірній колбі 3 порції екстракту доводять до мітки хлороформом і вимірюють не менше двох разів оптичну густину екстракту відносно нульової проби на спектрофотометрі.

### 6. Обробка результатів.

Масову концентрацію АПАВ у пробі води (X), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$X = \frac{C_{\text{гр}} \cdot D_{\text{ізм}}}{D_{\text{гр}}}, \quad (3.9)$$

де  $D_{\text{гр}}$  – оптична густина екстракту градувального розчину;

$D_{\text{ізм}}$  – оптична густина екстракту досліджуваної проби води;

$C_{\text{гр}}$  – масова концентрація АПАВ у градувальному розчині, мг/дм<sup>3</sup>.

*Контрольні питання.*

1) Поясніть сутність методу.

2) З якою ціллю потрібно контролювати кількість АПАВ у воді?

3) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення АПАВ?

4) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?

5) Яка чутливість методу вимірювання концентрації АПАВ?

6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?

- 7) *Наведіть порядок побудови градуувального графіка.*
- 8) *Наведіть порядок проведення аналізу.*
- 9) *Проведіть визначення концентрації АПАВ у досліджуваній воді.*

## Лабораторна робота № 10 ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ФТОРИДІВ (Варіант А)

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на здатності фторид-йона утворювати розчинний у воді потрійний комплекс бузково-синього кольору, до складу якого входить лантан, алізарин-комплексон і фторид. Інтенсивність забарвлення розчину фотометрують при довжині хвилі  $\lambda = 600 \pm 10$  нм. Межа виявлення дорівнює  $0,04$  мг/дм<sup>3</sup> при об'ємі проби  $25$  см<sup>3</sup>, діапазон вимірюваних концентрацій  $0,05$ - $1,0$  мг/дм<sup>3</sup>.

Визначенню фториду сильно заважають алюміній і залізо, зв'язуючи його в комплекс і занижуючи результати. Допустима масова концентрація алюмінію не вище  $0,2$  мг/дм<sup>3</sup>, заліза – не вище  $0,7$  мг/дм<sup>3</sup>.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Спектрофотометр. Кювети з товщиною робочого шару  $5,0$  см. Ваги лабораторні загального призначення. рН-метр. Посуд поліетиленовий місткістю  $100$  та  $1000$  см<sup>3</sup>. Посуд мірний скляний лабораторний: піпетки мірні місткістю  $1$ ;  $2$ ;  $5$ ;  $10$ ;  $25$  см<sup>3</sup> з поділками, відповідно,  $0,01$  та  $0,1$  см<sup>3</sup>; колби мірні місткістю  $50$ ;  $100$  та  $1000$  см<sup>3</sup>; циліндри мірні місткістю  $50$  см<sup>3</sup>. Колби конічні скляні місткістю  $500$  см<sup>3</sup>.

2.2. Розчин натрію фтористого основний ( $0,1$  мг/см<sup>3</sup> фторид-йона), розчин алізарин-комплексону ( $0,0005$  моль/дм<sup>3</sup>, рН $\approx 5$ ), розчин азотнокислого лантану ( $0,0005$  моль/дм<sup>3</sup>), розчин кислоти соляної ( $0,1$  н.), буфер ацетатний (рН= $4,3 \pm 0,1$ ).

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч.д.а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Приготування робочого градуувального розчину.

Робочий градуувальний розчин з концентрацією фторид-йона  $0,01$  мг/см<sup>3</sup> готують розбавленням основного розчину в  $10$  разів.  $10,0$  см<sup>3</sup> основного розчину фтористого натрію поміщають у мірну колбу місткістю  $100$  см<sup>3</sup> і доводять об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Розчин готують у день проведення аналізу і переливають у поліетиленову посудину.

### 4. Побудова градуувального графіка.

Для приготування стандартних розчинів у мірні колби місткістю  $50$  см<sup>3</sup> відбирають  $0,0$ ;  $0,2$ ;  $0,5$ ;  $1,0$ ;  $1,5$ ;  $2,0$  і  $2,5$  см<sup>3</sup> робочого градуувального розчину фтористого натрію, що відповідає  $0$ ;  $2$ ;  $5$ ;  $10$ ;  $15$ ;  $20$  і  $25$  мкг фторид-йона або з розрахунку на  $25$  см<sup>3</sup> аналізованої проби  $0$ ;  $0,08$ ;  $0,20$ ;  $0,40$ ;  $0,60$ ;  $0,80$ ;  $1,0$  мг/дм<sup>3</sup> фториду. Додають у кожну колбу приблизно  $20$  см<sup>3</sup> дистильованої води, перемішують і потім додають послідовно по  $6,5$  см<sup>3</sup> розчину алізарин-комплексону,  $1,5$  см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину і  $5,0$  см<sup>3</sup> розчину азотнокислого лантану. Розчини перемішують, доводять дистильованою водою до мітки, знов перемішують і залишають стояти протягом  $1$  год у темному місці. Потім вимірюють оптичну густину розчинів у кюветі з відстанню між робочими гранями  $5,0$  см при довжині хвилі  $600 \pm 10$  нм відносно нульового розчину. Визначення повторюють ще два-три

рази і обчислюють середні значення оптичної густини для кожного з градуювальних розчинів. За отриманими даними будують графік залежності оптичної густини розчинів від концентрації фториду в мг/дм<sup>3</sup> або розраховують рівняння регресії.

Побудову графіка повторюють для кожної нової партії реактивів і не рідше одного разу на місяць.

### **5. Проведення аналізу.**

5.1. У мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> поміщають 25,0 см<sup>3</sup> аналізованої води (якщо масова концентрація фторидів більше 1,0 мг/дм<sup>3</sup>, то на аналіз беруть 10,0 см<sup>3</sup> або менший об'єм), додають послідовно 6,5 см<sup>3</sup> розчину алізарин-комплексону, 1,5 см<sup>3</sup> ацетатного буферного розчину, 5,0 см<sup>3</sup> розчину лантану і доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Суміш ретельно перемішують, витримують протягом 1 год у темному місці і далі вимірюють оптичну густину, як вказано в п. 4, відносно нульового розчину. За градуювальним графіком або за рівнянням регресії знаходять масову концентрацію фторидів у воді в мг/дм<sup>3</sup>.

5.2. У мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> поміщають 25,0 см<sup>3</sup> аналізованої води (якщо масова концентрація фторидів більше 1,0 мг/дм<sup>3</sup>, то беруть 10,0 см<sup>3</sup> або менший об'єм), вводять градуювальну пробу із заздалегідь відомою концентрацією фторидів (добавку). Значення концентрації добавки в отриманому розчині повинне знаходитися в тому ж діапазоні, що і концентрація фторидів, визначена за п. 4. Визначення масової концентрації фторидів в аналізованій пробі із введеною в неї добавкою проводять за п. 5.1.

### **6. Обробка результатів.**

За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

Концентрацію фторидів у добавці (С), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою

$$C = C_2 - C_1, \quad (3.10)$$

де  $C_1$  – концентрація фторидів в аналізованій пробі, мг/дм<sup>3</sup>;

$C_2$  – концентрація фторидів в аналізованій пробі з введеною добавкою, мг/дм<sup>3</sup>.

Результат вважають задовільним, якщо знайдене значення погрішності не перевищує 25-30% при масовій концентрації фторидів 0,05-0,15 мг/дм<sup>3</sup> і 7% при концентрації 0,2 мг/дм<sup>3</sup> і більше.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу.
- 2) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення фториду?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації фториду?
- 5) Які речовини заважають проведенню аналізу на фотометричне визначення фториду?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градуювального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації фториду у досліджуваній воді.

Лабораторна робота № 11  
ВИЗНАЧЕННЯ МАСОВОЇ КОНЦЕНТРАЦІЇ ФТОРИДІВ (Варіант Б)

### 1. Сутність методу.

Метод заснований на тому ж принципі, що і варіант А (Л. р. № 10), але для підвищення оперативності вимірювання оптичної густини визначення проводять у водно-ацетоновому середовищі, в якому повнота розвитку забарвлення потрійного комплексу лантану, алізарин-комплексону і фториду досягається через 15 хв.

Межа виявлення дорівнює  $0,02 \text{ мг/дм}^3$  при об'ємі проби  $25 \text{ см}^3$ , діапазон вимірюваних концентрацій  $0,04\text{-}0,6 \text{ мг/дм}^3$ .

Визначення фторид-йона можливо при тих же масових концентраціях алюмінію і заліза, що й у варіанті А.

### 2. Апаратура та реактиви.

2.1. Див. Л. р. № 10., п. 2.1.

2.2. Див. Л. р. № 10., п. 2.2, ацетон.

Всі реактиви повинні бути кваліфікації ч. д. а.

### 3. Приготування розчинів.

3.1. Див. Л. р. № 10., п. 3.1.

3.2. Приготування змішаного водно-ацетонового розчину реагентів.

Змішують у співвідношенні 1:5:6,5:11 об'ємні частини відповідно розчинів ацетатного буфера, азотнокислого лантану, алізарин-комплексону та ацетону.

**Приклад.** Для побудови градуювального графіка змішують  $7 \text{ см}^3$  ацетатного буферного розчину,  $35 \text{ см}^3$  розчину азотнокислого лантану,  $45 \text{ см}^3$  розчину алізарин-комплексону і  $77 \text{ см}^3$  ацетону. Цю суміш зберігають у склянці з темного скла в холодильнику. Термін зберігання не більше тижня.

### 4. Побудова градуювального графіка.

Для приготування стандартних розчинів у мірні колби місткістю  $50 \text{ см}^3$  відбирають  $0,0; 0,2; 0,5; 0,8; 1,2$  і  $1,5 \text{ см}^3$  робочого градуювального розчину фтористого натрію, що відповідає  $0; 2; 5; 8; 12$  і  $15 \text{ мкг}$  фторид-йона або з розрахунку на  $25 \text{ см}^3$  аналізованої проби  $0; 0,08; 0,20; 0,32; 0,48; 0,60 \text{ мг/дм}^3$  фториду. Додають у кожен колбу приблизно  $20 \text{ см}^3$  дистильованої води, перемішують і потім додають  $25 \text{ см}^3$  змішаного розчину реагентів і об'єм доводять дистильованою водою до мітки. Розчини перемішують і через 15 хв фотометрують у кюветі з відстанню між робочими гранями  $5,0 \text{ см}$  при довжині хвилі  $600 \pm 10 \text{ нм}$  відносно нульового розчину. Визначення повторюють ще два-три рази і обчислюють середні значення оптичної густини для кожного з градуювальних розчинів. За отриманими даними будують графік залежності оптичної густини розчинів від концентрації фториду в  $\text{мг/дм}^3$  або розраховують рівняння регресії.

Побудову графіка повторюють для кожної нової партії реактивів і не рідше за один раз на місяць.

### 5. Проведення аналізу.

5.1. У мірну колбу місткістю  $50 \text{ см}^3$  поміщають  $25,0 \text{ см}^3$  аналізованої води (якщо масова концентрація фторидів більше  $0,6 \text{ мг/дм}^3$  беруть менший об'єм), додають  $25,0 \text{ см}^3$  змішаного розчину реагентів, розчин перемішують і вимірюють оптичну густину, як вказано в п. 4, відносно нульового розчину. За градуювальним

графіком або за рівнянням регресії знаходять масову концентрацію фторидів у воді в мг/дм<sup>3</sup>.

5.2. У мірну колбу місткістю 50 см<sup>3</sup> поміщують 25,0 см<sup>3</sup> аналізованої води, вводять градувальну пробу із задалегідь відомою концентрацією фторидів (добавку). Значення концентрації добавки в отриманому розчині має бути в тому ж діапазоні, що і концентрація фторидів, визначена за п. 4. Визначення масової концентрації фторидів в аналізованій пробі із введеною в неї добавкою проводять за п. 5.1. За остаточний результат аналізу приймають середнє арифметичне результатів двох паралельних визначень.

### **6. Обробка результатів.**

Концентрацію фторидів в добавці (С), мг/дм<sup>3</sup>, обчислюють за формулою (3.9).

Результат вважають задовільним, якщо знайдене значення погрішності не перевищує 10% для всього діапазону концентрацій фторид-йонів.

*Контрольні питання.*

- 1) Поясніть сутність методу.
- 2) Яку аналітичну форму фотометрують для визначення фториду? У чому відмінність варіанта Б від варіанта А?
- 3) При якій довжині хвилі проводиться фотометрування аналітичної форми?
- 4) Яка чутливість методу вимірювання концентрації фториду?
- 5) Які речовини заважають проведенню аналізу на фотометричне визначення фториду?
- 6) Які розчини необхідно приготувати для виконання аналізу?
- 7) Наведіть порядок побудови градувального графіка.
- 8) Наведіть порядок проведення аналізу.
- 9) Проведіть визначення концентрації фториду у досліджуваній воді.

### **СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ**

1. Бабко А.К., Пилипенко А.Г. Фотометрический анализ. – М.: Химия, 1968. – 389 с.
2. Булатов М.И., Калинин И. П. Практическое руководство по фотометрическим методам анализа. – Л.: Химия, 1986. – 432 с.
3. Васильев В.П. Теоретические основы физико-химических методов анализа. – М.: Высш. шк., 1979. – 184 с.
4. Иоффе Б. В., Костиков Р. Р., Разин В. В. Физические методы определения строения органических молекул. – Л.: ЛГУ, 1976. – 344 с.
5. Крешков А.П. Основы аналитической химии. Книга 3. Физико-химические (инструментальные) методы анализа. – М.: Химия, 1970. – 472 с.
6. Скугг Д., Уэкст Д. Основы аналитической химии. Т. 2. – М.: Мир, 1979. – 438 с.
7. Фритц Дж., Шэнк Г. Количественный анализ. – М.: Мир, 1978. – 443 с.
8. Аналитическая химия. Методы идентификации и определения веществ. Т. 1. Под ред. Москвина Л.Н. – С.-Пб.: Академия, 2008. – 576 с.
9. Марченко З., Бальцежак М. Методы спектрофотометрии в УФ и видимой областях в неорганическом анализе. – М.: БИНОМ Лаборатория знаний, 2007. – 712с.
10. Мак-Махон Дж. Аналитические приборы. – С.-Пб.: Профессия, 2009. – 590 с.
11. Кристиан Г. Аналитическая химия. Т.2. – М.: БИНОМ. Лаборатория знаний, 2009. – 504 с.
12. Отто М. Современные методы аналитической химии. – М.: Техносфера, 2008. – 544 с.
13. Родинков О.В., Бокач Н.А., Булатов А.В. Основы метрологии физико-химических измерений и химического анализа. – С.-Пб.: ВВМ, 2010. – 133 с.
14. Спектрофотометр UV-5800PC. Руководство пользователя. Перевод с английского Н.А. Сивченко и С.Н. Шийка, NMBU/ Проект «Гармония воды» ([www.waterh.net](http://www.waterh.net)).
15. Мухина З.С., Никитина Е.И. и др. Методы анализа металлов и сплавов / Под ред. З.С. Мухиной. – М.: ОБОРОНГИЗ, 1959. – 528 с.