

Державний вищий навчальний заклад
“Прикарпатський національний університет імені Василя Стефаника”
Кафедра теоретичної та прикладної хімії

**Методичні вказівки і інструкція
до виконання лабораторної роботи з курсу
“Моніторинг і методи вимірювання
хімічних параметрів”**

Лабораторна робота №3

**ФОТОМЕТРИЧНЕ ВИЗНАЧЕННЯ
НЕІОНОГЕННИХ ПАР (НІПАР) У ВОДІ**

Затверджено на засіданні кафедри теоретичної та прикладної хімії

(протокол № 1 від “31” серпня 2017 р.)

Завідувач кафедрою _____ Миронюк І.Ф.

Підготувала доцент _____ Федорченко С.В.

Івано-Франківськ
2017

В даних методичних вказівках описана лабораторна робота, виконання якої дозволить студентам використати певні аналітичні уміння та знання для формування навичок вимірювання параметрів навколишнього середовища.

Теоретична частина роботи містить відповідний теоретичний матеріал і опрацьовується студентами, в основному, самостійно. Практична частина включає лабораторну роботу, при виконанні яких студент ознайомлюється з апаратурою, технікою виконання аналізу. Особлива увага приділяється описанню техніки хімічного експерименту, розбору умов проведення реакцій, методикам визначення, правилам та способам розрахунків.

Порядок виконання лабораторних робіт.

1. Опрацювати перед виконанням лабораторної роботи рекомендовану літературу і скласти відповідний запис, який включає короткі теоретичні відомості, характеристику апаратури, приладів, методику виконання аналізу, хімізм процесу. Зрозуміти мету роботи і методику її виконання.
2. Ознайомитися з інструкцією з техніки безпеки при роботі в лабораторії.
3. Захистити перед виконанням лабораторної роботи практичну частину даної роботи – отримати “допуск”, який передбачає знання апаратури, хімізму процесу і, особливо, методики виконання аналізу.
4. Приготувати у чіткій відповідності з методикою необхідні прилади, матеріали, реактиви і посуд.
5. Отримати у викладача дозвіл на включення приладу.
6. Виключити по закінченню роботи прилад, привести в порядок і здати робоче місце лаборанту.
7. Скласти після виконання лабораторної роботи звіт про виконану роботу: записати експериментальні дані, провести їх обробку, навести графіки на міліметровому папері, зробити висновки.
8. Захистити виконані та оформлені роботи разом з відповідними теоретичними питаннями перед викладачем.

Запитання для допуску до лабораторної роботи:

- 1) пояснити, в чому полягає зміст роботи;
- 2) визначити, що є аналітичним сигналом;
- 3) описати фізичні і хімічні взаємодії, які лежать в основі методу;
- 4) описати передбачувану залежність функції, що реєструється від концентрації (об'єму розчину) реагента;
- 5) пояснити принцип роботи вимірювального приладу, назвати його основні вузли;
- 6) пояснити порядок підготовки розчинів;
- 7) викласти послідовність операцій при проведенні вимірів на приладі.

ЛАБОРАТОРНА РОБОТА 3

1. ТЕМА: визначення концентрації НПАР у воді фотоколориметричним методом.

2. МЕТА: оволодіти прийомами визначення концентрації НПАР у воді фотоколориметричним методом.

2.1. В результаті проведення лабораторного заняття студенти повинні знати

- загальну характеристику фотоколориметричного методу аналізу;
- значення ПАР як забруднювальних речовин; вплив ПАР на навколишнє середовище;
- принцип фотоколориметричного визначення НПАР у стічних водах; хімічні реакції, на яких ґрунтується це визначення;
- призначення складових частин та принцип роботи фотоколориметру КФК-2 і напрямки його використання;
- техніку безпеки при проведенні хімічних експериментів;
- методику проведення хімічних експериментів;

вміти

- оволодіти технікою роботи на фотоколориметрі;
- провести дослідження води на вміст фенолу: визначити коефіцієнт пропускання τ дослідних розчинів відомої концентрації, визначити оптичну густину D дослідних розчинів відомої концентрації; визначити оптичну густину дослідних розчинів невідомої концентрації, скориставшись методом калібрувального графіку;
- виконувати вимоги безпечної роботи з хімічними об'єктами.

2.2. Самостійна робота на занятті:

- фронтальне опитування, виконання тестових або індивідуальних завдань (перевірка домашньої самопідготовки);
- аналіз та обговорення основних питань, корекція вихідного рівня знань;
- виконання лабораторної роботи;
- обговорення та математична обробка експериментальних результатів;
- обговорення висновків та оформлення протоколу (залік лабораторної роботи).

3. РЕАКТИВИ І ОБЛАДНАННЯ:

1. Йод I_2 – 12,7 г.
2. Калій йодид KI – 25 г.
3. Хлоридна кислота HCl (1:4) – 100 мл.
4. Барій хлорид $BaCl_2$, 10%-вий розчин – 100 г.
5. Дистильована вода.
6. Стандартний розчин НПАР (Твін-80), 10%-вий розчин – 50 мл.
7. Фотоелектроколориметр КФК-2.
8. Піпетки місткістю 5 мл – 1 шт.
9. Піпетки місткістю 10 мл – 1 шт.
10. Мірна колба місткістю 25 мл – 7 шт.
11. Мірна колба місткістю 100 мл – 2 шт.
12. Мірна колба місткістю 1 л – 1 шт.
13. Конічна колба місткістю 250 мл – 2 шт.
14. Технічні ваги.

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

4.1. Загальна характеристика ПАР

Поверхнево-активні речовини (ПАР) – хімічні речовини, які знижують поверхневий натяг рідин, полегшуючи розтікання і знижуючи міжфазний натяг на межі двох рідин. Це речовини, молекули або іони яких концентруються (адсорбуються) біля поверхні розділу фаз і знижують поверхневу енергію. У вужчому значенні ПАР називають речовини, що знижують поверхневий натяг на межі поділу: рідина – повітря, рідина – рідина, рідина – тверда поверхня.

Поверхнево-активні речовини зазвичай – амфифільні органічні сполуки (термін амфифільний означає, що вони містять як гідрофільні, так і гідрофобні групи). Через таку будову вони розчиняються як у неполярних жирах і органічних розчинах, так і в полярній воді. ПАР сприяють змочуванню тіл водою, впливають на стійкість суспензій, емульсій і пін, мають високу миючу дію. Тому їх використовують як миючі засоби, стабілізатори водяних дисперсій, пластифікатори у виробництві пластмас, будматеріалів тощо. До ПАР відносяться звичайне мило (суміш натрієвих солей жирних кислот – олеати, стеарати натрію), синтетичні миючі засоби, а також спирти, карбонові кислоти, аміни та ін.

За типом походження розрізняють природні поверхнево-активні речовини (полярні ліпіди, гумусові речовини) й синтетичні поверхнево-активні речовини (СПАР) або детергенти (від латинського *detergere* – очищати).

За типом утворених у розчинах часток поверхнево – активні речовини розподіляють на два класи:

- 1) іоногенні ПАР (катионактивні ПАР, аніонактивні, амфолітні);
- 2) неіоногенні ПАР.

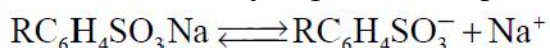
До першого класу належать низькомолекулярні речовини дифільного характеру з несиметричними молекулами, тобто сполуки, що мають гідрофільну “голову” (одну або декілька полярних груп, наприклад, –ОН, –COOH, –SO₃H, –OSO₃H, –COOMe, –NH₂) і гідрофобний “хвіст” (як правило аліфатичний ланцюг, який іноді включає ароматичну групу).

До другого класу ПАР належать високомолекулярні речовини, молекули яких побудовані симетрично.

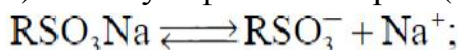
Аніонактивні ПАР – це сполуки, які у водному розчині дисоціюють з утворенням великих за розміром, складних аніонів, що зумовлюють їх поверхневу активність, і малих неорганічних катіонів.

З усіх ПАР, які виробляють у світі, частка аніонактивних складає більше ніж 70%. Серед них найбільше значення мають:

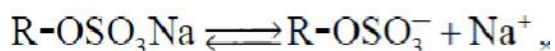
- а) алкілбензолсульфонати натрію (солі сульфокислот ароматичних сполук):



б) алкілсульфонати натрію (солі алкілсульфонової кислоти):



в) алкілсульфати натрію (солі сульфоестерів аліфатичних спиртів):

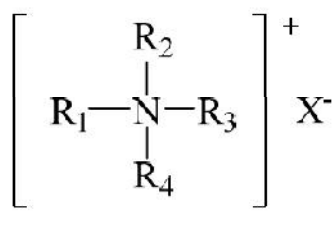


де R – вуглеводневий радикал.

Зазвичай продукти цієї групи ПАР демонструють виняткову здатність до змочування, емульгування. Крім того, для них характерні високі спінюючі властивості.

Катіонактивні ПАР – це сполуки, які у водному розчині дисоціюють з утворенням великих за розміром, складних органічних катіонів, що зумовлюють їх поверхневу активність, і малих неорганічних аніонів.

Катіонактивні ПАР – токсичні речовини, тому об'єми виробництва катіонактивних ПАР значно менші, ніж аніонних. Представниками катіонактивних ПАР можуть бути гідроксиди або галогеніди тетраалкіламонію з різними алкільними групами:



де R₁ – вуглеводневий радикал (C₁₂ - C₁₈);

R₂, R₃, R₄ – вуглеводневі радикали (C₁ - C₄);

X – Cl⁻, Br⁻, I⁻, OH⁻.

Катіонактивні ПАР мають високі антибактеріальні й антикорозійні властивості, можуть бути використані як деемульгатори.

Неіоногенні ПАР – це сполуки, які при розчиненні у воді не іонізуються. Розчинність таких речовин у воді обумовлена наявністю в них функціональних груп.

Неіоногенні ПАР – похідні поліоксіетиленів:

RO(C₂H₄O)_nH – полігліколевий етер жирних спиртів;

RCOO(C₂H₄O)_nH – полігліколевий естер жирних кислот;

RCO₂NH(C₂H₄O)_nH – полігліколевий естер амідів жирних кислот та інші.

Поліоксіетиленові етери алкілфенолів – найбільш поширена група неіоногенних ПАР (ОП-4, ОП-7, ОП-10). Частіше вони бувають рідкими або утворюють пасту. За об'ємом виробництва й споживання неіоногенні поверхнево-активні речовини стоять на другому місці після аніонактивних ПАР. Вони добре стабілізують піну, знімають статичну напругу на волокнах синтетичних тканин, поліпшують стан хутра, шкіряних виробів.

Неіоногенні ПАВ, більшість з яких є нетоксичними і біологічно розкладаються, є особливо цікавими для харчової, косметологічної і фармацевтичної промисловості.

Унаслідок широкого використання майже в усіх галузях народного господарства і в побуті (миючі засоби, косметика, текстильна, паперова, шкіряна, харчова, лакофарбова промисловості, сільське господарство, нафтодобування, медицина та ін.) поверхнево-активні речовини зустрічаються в природних, господарсько-побутових і промислових стічних водах.

Присутність ПАВ у воді чинить значний негативний вплив на її фізико-біологічний стан, уповільнює відстоювання, псує органолептичні властивості. Здатність до утворення піни погіршує кисневий режим, погіршується біологічне очищення води.

5.2. Загальна характеристика НПАВ Твін-80.

Твін-80 $C_{58}H_{114}O_{26}$ (міжнародна назва – TWEEN-80, полісорбат 80, поліоксиетилен(20)сорбітанмоноолеат) є неіоногенним ПАВ з молекулярною масою 1226 г/моль (структурна формула наведена на рис. 1). Зовнішній вигляд – в'язка рідина бурштинового кольору без запаху, рН – 5-7 (5-10% водний розчин).

Твін-80 добре розчинний у воді, рослинних і мінеральних оліях, ізопропанолі. Служить гарним емульгатором з високим значенням ГЛБ (15-16), тому застосовується і як солюбілізатор. Може бути використаний в комбінації з різними гідрофобними емульгаторами з низьким ГЛБ для створення широкого діапазону стабільних олія-в-воді і вода-в-олії емульсійних систем. Застосування: освіжувачі повітря, засоби для миття тіла, шампуні і кондиціонери для волосся, лосьйони, тоніки, креми. Рекомендований відсоток введення в рецептури: 1-5% до 50%.

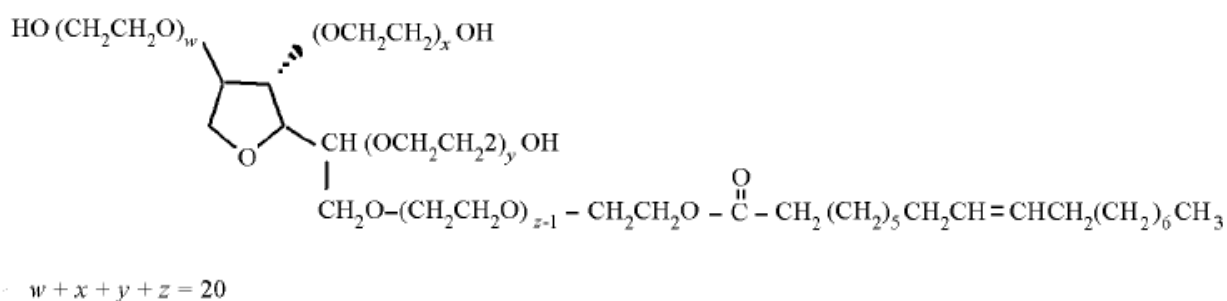


Рис. 1. Структурна формула Твіна-80.

5. ЗМІСТ РОБОТИ

Для стічних вод, які вміщують неіоногенні ПАР (НПАР) у кількості, меншій за 0,2 мг/л, застосовують метод, що базується на взаємодії НПАР з йодом і барій хлоридом.

5.1. Приготування розчинів реагентів.

1. I розчин реагентів готують шляхом розчинення 12,7 г I_2 і 25 г KI у дистильованій воді в мірній колбі на 1 л.
2. II розчин реагентів готують шляхом змішування 100 мл розчину HCl (1:4) із 100 мл 10%-вого розчину $BaCl_2$ у співвідношенні 1:1.
3. Приготування робочого розчину реагентів: I і II розчини реагентів зливають у співвідношенні 1:3.
4. Приготування із 10%-вого розчину НПАР еталонного розчину НПАР з концентрацією 0,01 г/л.

5.2. Приготування стандартних розчинів НПАР і побудова калібрувального графіка.

До 6 мірних колб на 25 мл послідовно вносять 1, 3, 5, 7, 10, 12 мл еталонного розчину НПАР (з концентрацією 0,01 г/л), додають до кожного по 1,5 мл робочого розчину і доводять об'єм до 25 мл. При цьому утворюються розчини з концентрацією НПАР 0,0004; 0,0012; 0,002; 0,0028; 0,004 і 0,0048 г/л. Кожний розчин витримують 20 хв і вимірюють його оптичну густину (D), для цього використовують кювети товщиною 10 мм і світлофільтр з максимуму поглинання світла довжиною $\lambda=540$ нм. Вимірювання проводять відносно розчину порівняння, в якому містяться усі реагенти, окрім НПАР.

Згідно з отриманими даними будують калібрувальний графік у координатах D – C (г/л).

5.3. Визначення НПАР у стічній воді.

У мірну колбу на 25 мл піпеткою послідовно вміщують 1,5 мл робочого розчину реагентів (див. пункт 5.1) і 1-23 мл (залежно від вмісту НПАР у воді) проби досліджуваної води, доводять до позначки дистильованою водою, збовтують і витримують 20 хв. Далі фотометрують при тих же умовах, що в пункті 5.2. За калібрувальним графіком визначають вміст НПАР (г/л).

Гранично допустима концентрація НПАР у воді водоймищ – 0,1 мг/л.

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Фотометричний метод аналізу.
2. Головний закон світлопоглинання.
3. Класифікація поверхнево-активних речовин (ПАР).

ЛІТЕРАТУРА

1. Барковский В.Ф., Горелик С.М., Городенцева Т.Б. Физико-химические методы анализа. - М., 1972.
2. Алесковский В.Р., Бардин В.В. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. - Л., Химия. 1988.
3. Петрухин О. М. Практикум по фізико-химическим методам анализа. - М., Химия. 1987.
4. Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах.-Л.: Гидрометеиздат, 1987.
5. Унифицированные методы анализа вод. Под ред. Ю.Ю.Лурье. - 2-е изд., испр.- М., "Химия", 1973 - 376 с.- С.325-327.
6. Лурье Ю.Ю., Рыбникова А.И. Химический анализ производственных сточных вод. - Изд."Химия", 1966.- с.231.
7. Кульский Л.А., Гороновский И.Т.Справочник по свойствам, методам анализа и очистке воды. - Киев: Наукова думка, 1980.