

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
“Хімія атмосфери”

Лабораторна робота №2

Визначення нітроген(IV) оксиду
у атмосферному повітрі

Затверджено на засіданні кафедри теоретичної та прикладної хімії
(протокол № від “30” 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, а саме – повітря атмосфери.

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.
- 9.

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 2

1. **ТЕМА:** визначення нітроген(IV) оксиду у атмосферному повітрі.

2. **МЕТА:** освоїти методику визначення нітроген(IV) оксиду у повітрі методом фотоколориметрії.

2.1. В результаті проведення лабораторного заняття студенти повинні:

знати

- загальну характеристику фотоколориметричного методу аналізу;
- значення оксидів нітрогену як забруднювальних речовин; вплив оксидів нітрогену на організм живих істот;
- принцип фотоколориметричного визначення оксидів нітрогену у атмосферному повітрі; 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

- працювати на фотоколориметрі;
- провести дослідження повітря на вміст оксидів нітрогену: 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. Калій йодид
2. Оцтова кислота
3. Натрій нітрит
4. Натрій сульфід
5. Реактив Грісса
6. Фотоелектроколориметр КФК-2.
7. Ваги аналітичні (типу ВЛР-200).
8. Секундомір
9. Барометр
10. Термометр лабораторний шкальний
11. Плитка електрична
12. U-подібний поглинач з пористою скляною пластинкою
13. Мірний циліндр 5 см³
14. Дистильована вода.

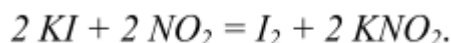
15. Мірна колба місткістю 100 мл – 3шт.
16. Мірна колба місткістю 50 мл – 8 шт.
17. Мірна колба місткістю 1 л – 1 шт.
18. Мірна колба місткістю 500 мл – 1 шт.
19. Хімічна склянка місткістю 200-300 мл – 2 шт.
20. Піпетка місткістю 5 мл – 2 шт.
21. Піпетка місткістю 10 мл – 2 шт.
22. Скляні палички.

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

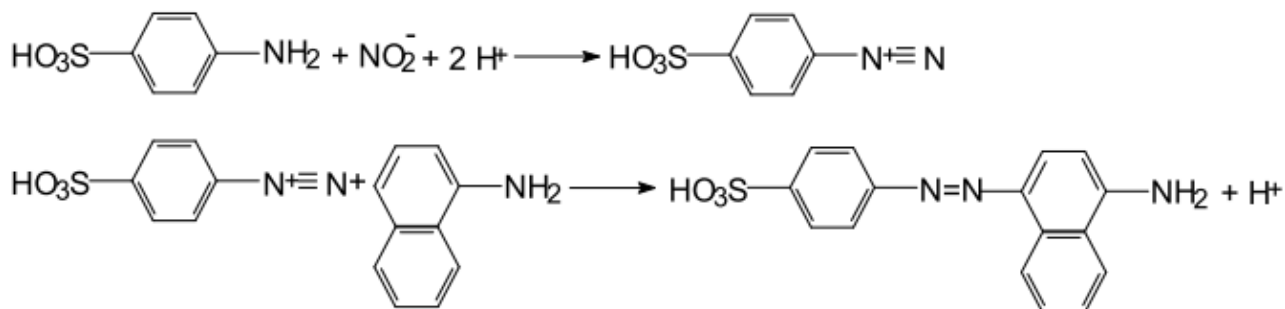
Оксиди нітрогену відносяться до забруднювальних речовин подразнюючої дії і вони в значних кількостях потрапляють в повітря як за рахунок природних, так і за рахунок антропогенних джерел. Серед всіх сполук нітрогену з киснем, найбільш стійким в повітрі є нітроген(IV) оксид, тому саме цей інгредієнт кислотного характеру визначають в повітрі. Нітроген(IV) оксиду також є попередником кислотних дощів.

Суть методу.

Метод ґрунтується на вловлюванні (аспірації) нітроген(IV) оксиду із повітря розчином калій йодиду. Нітроген(IV) оксиду переводять в нітрит-іони шляхом аспірації повітря через поглинювальний розчин, який містить розчин йодиду Калію. При цьому проходить реакція:



Утворений в еквівалентній кількості нітрит-йон визначається фотометрично за азобарвником, що отримується в результаті взаємодії нітрит-йона із реактивом Грісса. Реактив Грісса являє собою суміш амідю сульфанілової кислоти та α -нафтіламіну. При цьому проходять такі реакції:



За експертними оцінками, при визначенні концентрації нітроген(IV) оксиду в атмосферному повітрі в діапазоні 0,02-1,40 мг/м³ сумарна погрішність не перевищує 25%.

5. ЗМІСТ РОБОТИ.

5.1. Приготування розчинів реагентів.

5.1.1. Приготування основного стандартного розчину нітриту Натрію.

1,497 г натрій нітриту NaNO_2 , зваженого з похибкою не більше 0,0005 г, розчиняють в мірній колбі місткістю $1,0 \text{ дм}^3$ в невеликій кількості дистильованої води і доводять водою до мітки дистильованою водою. В $1,0 \text{ см}^3$ розчину міститься 1,0 мг нітрит-іонів. Розчин консервують додаванням $1,0 \text{ см}^3$ хлороформу та зберігають в склянці з темного скла протягом кількох місяців, якщо відутне помутніння чи випадання осаду.

5.1.2. Приготування робочого стандартного розчину нітриту Натрію.

$1,0 \text{ см}^3$ основного стандартного розчину поміщають в мірну колбу місткістю $1,0 \text{ дм}^3$ і доводять до мітки дистильованою водою. В $1,0 \text{ см}^3$ цього розчину міститься 0,001 мг нітрит-іонів. Розчин використовують свіжоприготовленим.

5.1.3. Приготування реактиву Грісса.

10,0 г сухого реактиву Гріса, зваженого з похибкою $\pm 0,1 \text{ г}$, розчиняють в 100 см^3 12%-го розчину оцтової кислоти.

5.1.4. Приготування оцтової кислоти, 12%-ого розчину.

25 см^3 льодяної оцтової кислоти розбавляють дистильованою водою до об'єму 200 см^3 .

5.1.5. Приготування поглинювального розчину.

8,0 г калій йодиду, зваженого з похибкою не більше 0,1 г, розчиняють в 100 см^3 дистильованої води.

5.1.6. Приготування розчину натрій сульфїту, 0,1%-розчину.

0,1 г безводного натрій сульфїту розчиняють в 100 см^3 дистильованої води.

5.2. Проведення визначення.

2-3 дм^3 повітря аспірують із швидкістю $5 \text{ дм}^3/\text{год}$ крізь два послідовно з'єднані поглинювальні прилади, які містять по $10,0 \text{ см}^3$ поглинювального розчину.

Для аналізу відбирають алїквоту об'ємом $5,0 \text{ см}^3$ з кожного поглинювального приладу, переносять в мірну колбу на $50,0 \text{ см}^3$ і до мітки доводять дистильованою водою. Додають $2,0 \text{ см}^3$ розчину реактиву Грісса та перемішують. Через 40 хвилин вимірюють оптичну густину розчину при довжині хвилі 520 нм по відношенню до розчину порівняння (дистильована вода з додаванням розчину реактиву Грісса).

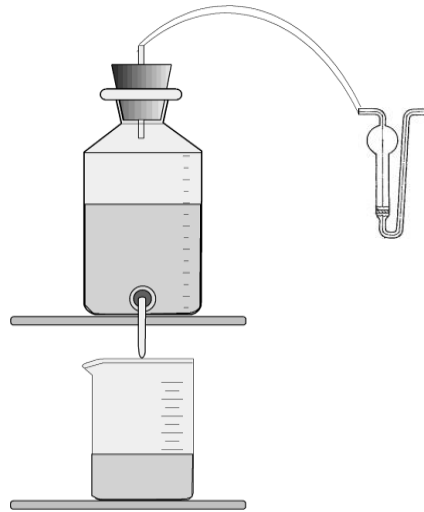


Рис. 1. Прилад для відбору проби повітря у барботер аспіраційним методом

Перед вимірюванням оптичної густини розчинів додають по $0,5 \text{ см}^3$ розчину сульфату натрію для знебарвлення (відновлення) йоду. Масову частку нітрит-іонів знаходять за градувальним графіком. Результати аналізу двох поглинювальних розчинів підсумовують.

Побудова градувального графіка.

В мірні колби об'ємом 50 см^3 вносять $0, 0,5; 1,0; 2,0; 5,0; 10,0; 15,0 \text{ см}^3$ робочого стандартного розчину нітрит-іонів і доводять об'єм до мітки дистильованою водою. Одержують розчини з вмістом $0; 0,01; 0,02; 0,04; 0,10; 0,20; 0,30 \text{ мг/дм}^3$ нітритів. Далі проводять аналіз та фотометрують як описано вище.

За одержаними результатами будують градувальний графік (в межах м.ч. нітритів, мг – оптична густина розчину). Графік повинен бути прямолінійним.

5.3. Обробка результатів.

Концентрацію NO_2 в повітрі (С) виражають в мг/м^3 . Розрахунок проводять за формулою:

$$C = \frac{a \times V_1 \times 1000}{V_1 \times V_0}, \text{ де:}$$

a – кількість NO_2 , яка знайдена за градувальним графіком, мг;

V_1 – загальний об'єм поглинювального розчину, см^3 ;

V_2 – об'єм аликвоти, відібраної для аналізу, см^3 ;

V_0 – об'єм повітря, приведений до нормальних умов, дм^3 .

Одержаний результат порівнюють із відповідною величиною ГДК (див. табл. 1), після чого роблять висновок про ступінь забрудненості повітря нітроген(IV) оксидом.

Таблиця 1.

Граничнодопустимі концентрації забруднювальних речовин в повітрі

Забруднювальна речовина	ГДК, мг/м ³		
	ГДК _{МР}	ГДК _{СД}	ГДК _{РЗ}
Пил нетоксичний, цемент	0,5	0,15	5,0
Діоксид Сульфуру (SO ₂)	0,5	0,05	1,0
Діоксид Нітрогену (NO ₂)	0,085	0,04	2,0
Оксид Карбону (CO)	5,0	3,0	20,0
Сірководень (H ₂ S)	0,03	0,005	—
Аміак	0,2	0,04	5,0
Сажа	0,15	0,05	3,0
Сполуки Плюмбуму	0,03	0,0003	0,05
Пари Меркурію	0,01	0,0003	0,01
Фенол	0,01	0,003	0,3
Формальдегід	0,035	0,003	0,5
Метиловий спирт (метанол)	1,0		5,0
Бензен	1,5		15/5
Бенз(а)пірен	—	0,000001	—

КОНТРОЛЬНІ ЗАПИТАННЯ

1. Вкажіть особливості відбору проб повітря.
2. Які фактори впливають на правильність відбору проби повітря?
3. Як розрахувати оптимальний об'єм проби повітря для аналізу?
4. Охарактеризуйте фактори, які впливають на правильність результатів аналізу проб повітря.
5. Обґрунтуйте необхідність приведення величини проби повітря до нормальних умов.
6. Дайте оцінку величинам ГДК. Чим керуються при встановленні цих норм?
7. Обґрунтуйте вибір методу аналізу при визначенні діоксиду Нітрогену в повітрі робочої зони?

ЛІТЕРАТУРА

1. Алесковский В.Р., Бардин В.В. Физико-химические методы анализа. Практическое руководство. - Л., Химия. 1988.
2. Петрухин О. М. Практикум по физико – химическим методам анализа. - М., Химия. 1987.
3. Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах.-Л.: Гидрометеоздат, 1987.

