

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 №3

Визначення вмісту ртуті у 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 3

1. **ТЕМА:** визначення вмісту ртуті у атмосферному повітрі.

2. **МЕТА:** освоїти методику визначення спектрофотометричним методом ртуті у вигляді пари у повітрі.

2.1. В результаті проведення лабораторного заняття студенти повинні:

знати

- загальну характеристику фотоколориметричного методу аналізу;
- значення ртуті як забруднювальної речовини; вплив ртуті на організм живих істот;
- принцип фотоколориметричного визначення пари ртуті у атмосферному повітрі; хімічні реакції, на яких ґрунтується це визначення;
- призначення складових частин та принцип роботи спектрофотометра Ulab 102UV і напрямки його використання;
- техніку безпеки при проведенні хімічних експериментів;
- методику проведення хімічних експериментів;

вміти

- працювати на фотоколориметрі;
- провести дослідження повітря на вміст пари ртуті: 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. Меркурій хлорид
2. Калій йодид
3. Натрій сульфід
4. Барвник кристалічний фіолетовий
5. Спектрофотометр Ulab 102UV з набором кювет.
6. Ваги аналітичні (типу ВЛР-200).
7. Секундомір
8. Барометр
9. Термометр лабораторний шкальний
10. Плитка електрична
11. U-подібний поглинач з пористою скляною пластинкою
12. Мірний циліндр 5 см³
13. Дистильована вода.
14. Мірна колба місткістю 100 мл – 3шт.
15. Мірна колба місткістю 50 мл – 8 шт.

16. Мірна колба місткістю 1 л – 1 шт.
17. Мірна колба місткістю 500 мл – 1 шт.
18. Хімічна склянка місткістю 200-300 мл – 2 шт.
19. Піпетка місткістю 5 мл – 2 шт.
20. Піпетка місткістю 10 мл – 2 шт.

4. ТЕОРЕТИЧНІ ВІДОМОСТІ

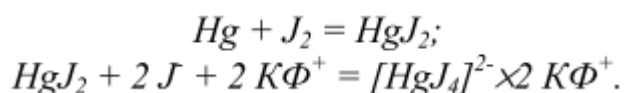
Ртуть відрізняється високою токсичністю. У вигляді одновалентних сполук ртуть не створює негативного впливу на організм. Так, каломель (Hg_2Cl_2) майже неотруйна, але двовалентний іон Hg^{2+} , як і пари ртуті, мають токсичну дію.

В організм людини ртуть проникає через органи дихання. Пара ртуті всмоктується в систему кровообігу, сорбуються білковими молекулами (особливо лейкоцитами), захисна роль яких при цьому знижується. Далі ртуть проникає в клітини. Ртуть здатний акумулюватись в організмі людини, переважно в нирках, печінці, легенях, кістках, тощо. Ознакою інтоксикації ртуть є – зниження кількості лейкоцитів в крові, підвищення реакції осадження еритроцитів, зниження працездатності, порушення сну, погіршення пам'яті, головні болі.

Суть методу.

Визначення базується на поглинанні пари ртуті розчином йоду в калій йодиді, наступною взаємодією його з кристалічним фіолетовим (КФ) та фотометруванні забарвленого в синій колір комплексу.

При визначенні ртуті проходять наступні реакції:



Відбір проб проводять з концентруванням в поглинювальний розчин.

Нижня межа визначуваних вмістів пари ртуті в досліджуваному об'ємі проби – 0,1 мкг. Нижня межа визначуваних вмістів пари ртуті в повітрі – 0,005 мг/м³ (при відборі 50 дм³ повітря).

Діапазон вимірювання концентрацій Hg – 0,005-0,50 мг/м³.

Межа сумарної похибки визначення Меркурію в повітрі не перевищує $\pm 25\%$.

5. ЗМІСТ РОБОТИ.

5.1. Приготування розчинів реагентів.

5.1.1. Основний стандартний розчин з вмістом 0,1 мг меркурію в 1,0

см³ розчину готують розчиненням 0,0135 г меркурій хлориду, зваженого з похибкою не більше 0,0001 г, в поглинювальному розчині в колбі, об'ємом 100 см³. Розчин зберігають протягом 6 місяців.

5.1.2. Робочий стандартний розчин з вмістом меркурію 10 мкг/см³ готують відповідним розведенням основного стандартного розчину.

5.1.3. Поглинювальний розчин готують шляхом розчинення 2,5 г кристалічного відігнаного йоду в 1,0 дм³ 3% розчину йодиду калію.

5.1.4. Розчин кристалічного фіолетового готують розчиненням 0,03 г речовини в 100 см³ дистильованої води.

5.1.5. Розчин натрій сульфату (2,5 моль/дм³) готують шляхом розчинення 25,8 г безводного натрій сульфату в 100 см³ води.

5.1.6. Реактивний розчин готують змішуванням рівних об'ємів розчинів натрій сульфату та кристалічного фіолетового безпосередньо перед початком аналізу.

5.2. Проведення визначення.

50 дм³ повітря аспірують із швидкістю 2 дм³/хв крізь два послідовно з'єднаних прилади, які містять по 5,0 см³ поглинювального розчину.

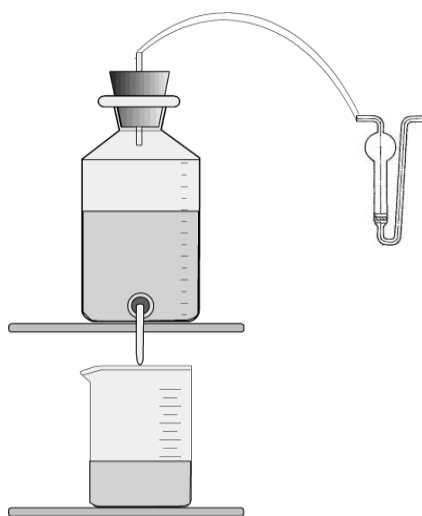


Рис. 1. Прилад для відбору проби повітря у барботер аспіраційним методом

Із кожного поглинювального приладу в пробірки відбирають по 2,0 см³ проби, додають по 1,0 см³ реактивного розчину та через 10 хвилин вимірюють оптичну густину розчинів при довжині хвилі 560 нм в кюветах товщиною шару 0,5 см. Вміст ртуті в аналізованій пробі визначають за попередньо побудованим градувальним графіком. Для побудови градувального графіку готують шкалу стандартів згідно табл. 4. 0,10; 0,20; 0,30 мг/дм³ нітритів. Далі проводять аналіз та фотометрують як описано вище.

Таблиця 1.

Шкала стандартів

№ п/п	Об'єм станд. розчину Меркурію, см ³	Об'єм поглинювального розчину, см ³	Об'єм реактивного розчину, см ³	Вміст Hg, мкг
1	0,00	2,00	1,0	0,0
2	0,01	1,99	1,0	0,1
3	0,03	1,97	1,0	0,3
4	0,05	1,95	1,0	0,5
5	0,10	1,90	1,0	1,0
6	0,30	1,70	1,0	3,0
7	0,50	1,50	1,0	5,0

Шкалу стандартів обробляють аналогічно пробам. Шкала може бути використана протягом 24 годин.

5.3. Обробка результатів.

Концентрацію ртуті в повітрі (C) виражають в мг/м³. Розрахунок проводять за формулою:

$$C = \frac{a \times V_1}{V_2 \times V_0}, \text{ де}$$

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

V₁ – загальний об'єм поглинювального розчину, см³;

V₂ – об'єм аликвоти, відібраної для аналізу, см³;

V₀ – об'єм повітря, приведений до нормальних умов, дм³.

Одержаний результат порівнюють із відповідною величиною ГДК (див. табл. 2), після чого роблять висновок про ступінь забрудненості повітря нітроген(IV) оксидом.

Таблиця 2.

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
Метилловий 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. Назвіть особливості пробовідбору та пробопідготовки при визначенні пари ртуті в повітрі.

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.: Гидрометеиздат, 1987.
4. Муравьева С.И., Казнина Н.И., Прохорова Е.К. Справочник по контролю вредных веществ в воздухе: Справ. изд.-Химия, 1988.
5. Дмитриев М.Т., Казнина Н.И., Пинигина Н.А. Санитарно-химический анализ загрязняющих веществ в окружающей среде: Справ. изд.-М.: Химия, 1989.
6. Сборник методик по определению концентраций загрязняющих веществ в промышленных выбросах.-Л.: Гидрометеиздат, 1987.

