

Федеральное агентство по сельскому хозяйству
Федеральное государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Мичуринский государственный аграрный университет»

Руководство для выполнения лабораторных работ
По дисциплине: **«Физико-химические свойства
и оценка качества товаров»**
(Темы: экстрагирование, хроматография,
фотометрия, рефрактометрия, поляриметрия,
потенциометрия, радиометрия)

351100-«товароведение и экспертиза качества потребительских товаров»

Утверждено методической комиссией
технологического института МичГАУ
протокол № 8 от 4 мая 2005г.



Мичуринск 2005

Методическое руководство для лабораторной работы составлено профессором, доктор сельскохозяйственных наук **В.Ф. Палфитовым** в соответствии с требованием ГОС Министерства образования РФ по дисциплине «Физико-химические свойства и оценка качества товаров».

Рецензент:

доктор сельскохозяйственных наук, профессор, зав. кафедрой хранения и переработки сельскохозяйственной продукции МичГАУ

Ю.Г. Скрипников

Методическое указание рассмотрено на заседании кафедры химии МичГАУ.

Протокол № 5 от 1 марта 2005г.

©Издательство Мичуринского государственного аграрного университета, 2005

Введение

Оценка качества любых изделий и материалов с информацией об их физико-химических свойствах и химическом составе. Под физико-химическими свойствами объектов исследований понимают те физические свойства, которые определяются особенностями их химического состава.

Зависимость “свойства – состав” очень сложна, иногда одному и тому же свойству соответствуют различные химические составы. Вместе с тем известно достаточно много случаев, когда то или иное физическое свойство систем однозначно являются функцией состава. Например, цвет, интенсивность окраски, прозрачность, люминесценция, флуоресценция, теплоёмкость, теплопроводность, электропроводность, сорбируемость, светопреломляющая оптическая активность, вязкость, радиоактивность и т. д. являются следствием элементного или молекулярного состава систем или их компонентов. Поэтому в определении состава и оценке качества товаров всё большее место занимает измерение их физико-химических свойств.

В зависимости от исследуемых свойств различают следующие группы физико-химических методов анализа:

А) Оптические, основанные на измерении оптических свойств систем:

Фотометрия (Фотоколориметрия и спектрофотометрия);

Рефрактометрия;

Поляриметрия;

Флуориметрия;

Спектрометрия;

Б) Электрохимические, основанные на измерении электрохимических свойств систем:

Потенциометрия;

Полярография;

Кондуктометрия;

Электроанализ;

В) Сорбционно-экстракционные, основанные на различной сорбируемости и экстрагируемости компонентов характеризующих систем:

Хроматография;

Ионный обмен;

Экстракция.

Существует ряд методов анализа, основанных на измерении других индивидуальных физических свойств веществ, такие как:

Масс-спектрометрия (измеряется масса молекул);

Калориметрия (измеряется удельный тепловой эффект);

Радиохимия (измеряет радиоактивность);

(ЭПР) Электронный парамагнитный резонанс (измеряется число свободных радикалов);

(ЯМР) Ядерный магнитный резонанс (определяется строение молекул, качественный и количественный состав смесей);

Эти методы требуют применения уникального дорогостоящего измерительного оборудования, что не всегда является экономически обоснованно.

Физико-химические методы по сравнению с классическими (химическими) отличаются повышенной чувствительностью и избирательностью, требуют незначительное количество анализируемых материалов. Во многих случаях здесь отпадает необходимость выделения определяемых компонентов из анализируемых материалов, а на весь ход анализа иногда требуется всего лишь несколько минут. Поэтому физико-химический контроль позволяет быстро собрать необходимую информацию для оценки качества разнообразных товаров. Он позволяет определить уровень чистоты веществ, наличие и вид примесей. Физико-химический контроль находит применение при характеристике полезных ископаемых, пищевых продуктов, а также материалов технического назначения и происхождения.

Предлагаемое учебное пособие предназначено для подготовки студентов по специальности “Товароведение и экспертиза потребительских товаров” и составлено в соответствии с государственным образовательным стандартом и учебным планом.

Пособие включает 10 лабораторных работ, посвящённых методам наиболее часто применяемым в практике физико-химического анализа и оценки качества товаров различного происхождения. Это экстракция, хроматография, фотометрия, спектрофотометрия, рефрактометрия, поляриметрия, потенциометрия. Каждая работа содержит краткое теоретическое введение (принцип метода, основные понятия, возможности и области применения), описание работы и вопросы для тестирования.

Лабораторные работы составлены по схеме: постановка задачи, цель – работы, перечень необходимого оборудования и материалов, методика выполнения, вычисление результатов. В пособии подобраны работы не требующие длительной пробоподготовки и они выполнимы в течении одного занятия.

Экстрагирование.

Краткие теоретические сведения

Физико-химические характеристики веществ лежат в основе их распределения между двумя фазами. Это явление широко используется для экстрагирования из водных растворов многих химических соединений. Под экстрагированием понимают извлечение определяемых (выделяемых) компонентов специальными растворителями - экстрагентами из жидких или твердых смесей. Раствор, содержащий извлекаемые соединения, встряхивают с несмешивающейся с ним жидкостью (экстрагентом), в специальных сосудах - делительных воронках. Выделяемые компоненты лучше растворяются экстрагентом, в то время как другие вещества, присутствующие в смесях, практически им не экстрагируются (не растворяются).

Многие неорганические вещества экстрагируются из водных растворов смесей органическими растворителями в виде комплексных и, в особенности, внутрикомплексных соединений. Серебро, ртуть, медь, цинк, свинец и другие тяжелые металлы экстрагируются в виде дитизонатов и карбаминатов; алюминий, галлий, железо, ванадий и другие в виде δ -оксихинолятов; часто практикуется экстрагирование роданидных комплексов железа, молибдена, кобальта, ниобия и др. Для экстракций соединений многих элементов используют также диметилглиоксим, *a*-нитрозо-*b*-нафтол, купферон и многие другие реактивы.

В качестве растворителей для экстракции из водных растворов применяют не смешивающиеся с водой органические растворители (например, четыреххлористый углерод), хорошо растворяющие простые или комплексные соединения анализируемых элементов. Если же приходится иметь дело с растворителями, частично смешивающимися с водой (например, сероуглерод, этиловый эфир или амиловый спирт), то для «высаливания» т.е. уменьшения растворимости этих веществ в воде, в обрабатываемый раствор прибавляют большие количества электролитов.

Следует иметь в виду, что неудачно выбранные высаливающие электролиты могут приводить в некоторых случаях к противоположному результату, т.е. к увеличению растворимости органического растворителя в воде. Возможно также образование иных комплексов, мешающих переводу элементов в органический растворитель. Вообще же для образования в водном растворе того соединения, которое должно переходить в органический растворитель, необходимо добавлять реактивы строго определенных концентраций. Например, железо в виде HFeCl_4 необходимо экстрагировать из бн. раствора HCl . При большей или меньшей концентрации соляной кислоты образуются менее растворимые в диэтиловом эфире соединения, например FeCl_3 или H_2FeCl_5 .

Всегда следует помнить о ступенчатом характере образования комплексных соединений, из которых какое-нибудь одно соединение извлекает-

ся данным растворителем лучше всех других, и поэтому его преимущественное образование в водном растворе должно быть соответствующим образом обеспечено. Очень часто одноподобные комплексные соединения одних элементов устойчивы при одном значении рН, а другие при другом. Этим пользуются для избирательного отделения одних элементов от других, регулируя рН раствора.

Для организации безопасной работы необходимо знать, что многие органические растворители, например диэтиловый эфир, чрезвычайно огнеопасны, а другие, например четыреххлористый углерод, очень ядовиты при вдыхании паров.

Лабораторная работа 1.

Экстракция йода из водного раствора органическими растворителями

Цель работы: Научиться производить процесс экстракции в лабораторных условиях и необходимые расчеты результатов экстракции.

Оборудование:

	шт
1. Экстракционная воронка на 150мл;	1
2. Бюретка на 25мл в штативе;	1
3. Мерный цилиндр на 100мл;	1
4. Мерный цилиндр на 20мл;	1
5. Конические колбочки для титрования на 100мл;	3
6. Химический стакан на 100мл;	2
7. Пипетка на 10мл;	1

Растворы и экстрагенты:

1. Исследуемый раствор йода в воде
100мл;
2. Титрованный раствор тиосульфата (0,05н)
100мл;
3. Раствор крахмала в воде (2%)
50мл;
4. Экстрагенты (бензол, хлороформ или другие неполярные растворители)
50мл;

Задание: Определить коэффициент распределения йода между водой и экстрагентом и рассчитать концентрацию йода в водном растворе после второй экстракции.

Ход выполнения работы

Определяем исходную концентрацию йода (I_2) в воде для этого применяем йодометрическое титрование.

В коническую колбу на 100мл берем 10мл водного раствора йода и титруем его стандартным раствором тиосульфата натрия (0,05н) до соломенно-желтой окраски. Затем добавляем в колбочку 3мл раствора крахмала и продолжаем осторожно титровать раствором тиосульфата до исчезновения синей окраски. Титрование повторяем.

измерены	1	2	среднее
V_{I_2}			
$V_{Na_2S_2O_3}$			

По среднему показателю двух сходящихся отсчетов объема $Na_2S_2O_3$ вычисляем концентрацию йода в исходной воде:

$$N_{I_2} = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \cdot N_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}}$$

Вычисляем общее содержание йода в 70мл йодсодержащей воды.

Проводим экстракцию йода бензолом с помощью воронки для экстракции объемом на 150мл. Для этого смешиваем в ней 70мл содержащей йод воды и 7мл бензола. Воронку закрываем пробкой и встряхиваем в течении 2 минут. Оставляем затем воронку в покое до полного расслоения смесей.

Нижний водный слой отделяем в химический стакан на 100мл.

Определяем содержание йода в воде после первой экстракции. Для этого также проводим титрование отделенной части воды стандартным раствором тиосульфата натрия.

измерены	1	2	среднее
V_{I_2}			
$V_{Na_2S_2O_3}$			

Расчет нормальности йода после первой экстракции:

$$N_{1 I_2} = \frac{V_{Na_2S_2O_3} \cdot N_{Na_2S_2O_3}}{V_{I_2}}$$

Расчет массы йода перешедшего в экстрагент (бензол):

$$m = V_{I_2} N_{I_2} \mathcal{E}_{I_2} - V_{1 I_2} N_{1 I_2} \mathcal{E}_{1 I_2}$$

Расчет нормальной концентрации йода в экстрагенте (бензоле):

$$N_{1\mathcal{E}_{I_2}} = \frac{m \cdot 1000}{\mathcal{E}_{I_2} \cdot V_{\mathcal{E}}}$$

Расчет коэффициента распределения йода между фазами (водой и бензолом)

$$K = \frac{N_{\mathcal{E}_{I_2}}}{N_{1I_2}}$$

Нормальность йода в воде после второй экстракции:

$$N_{1\mathcal{E}_{I_2}} = K \cdot N_{1I_2}$$

Концентрация йода в воде после второй экстракции:

$$N_{2I_2} = \frac{m_2 \cdot I_2 \cdot 1000}{V_{I_2} \cdot \mathcal{E}_{I_2}} = \frac{(N_{1I_2} \cdot V_{I_2} \cdot \mathcal{E}_{I_2} - K \cdot N_{1I_2} \cdot V_{\mathcal{E}} \cdot \mathcal{E}_{I_2}) \cdot 1000}{V_{I_2} \cdot \mathcal{E}_{I_2}}$$

Хроматография.

Краткие теоретические сведения

Под хроматографией понимается разделение смесей веществ при пропускании их через слой специально подготовленных твердых материалов (сорбентов). В основе хроматографии лежат такие физико-химические свойства веществ как: состав и строение, размер и форма, полярность и ионность составляющих их молекул, а также их летучесть и растворимость.

В зависимости от химической природы, агрегатного состояния смесей, геометрической формы и размеров сорбционных слоев хроматографию подразделяют на газовую и жидкостную, на адсорбционную, ионообменную и колоночную применяемую в хроматографах, а также тонкослойную (ТСХ, сорбент нанесен на пластины) и бумажную (БХ).

Создано множество типов хроматографических приборов, используемых как для контроля качества продукции и производственных процессов, так и для научных целей.

Наиболее простой в исполнении является бумажная хроматография. В качестве сорбента здесь обычно используется специальная хроматографическая бумага, иногда и обычная фильтровальная (рис 1).

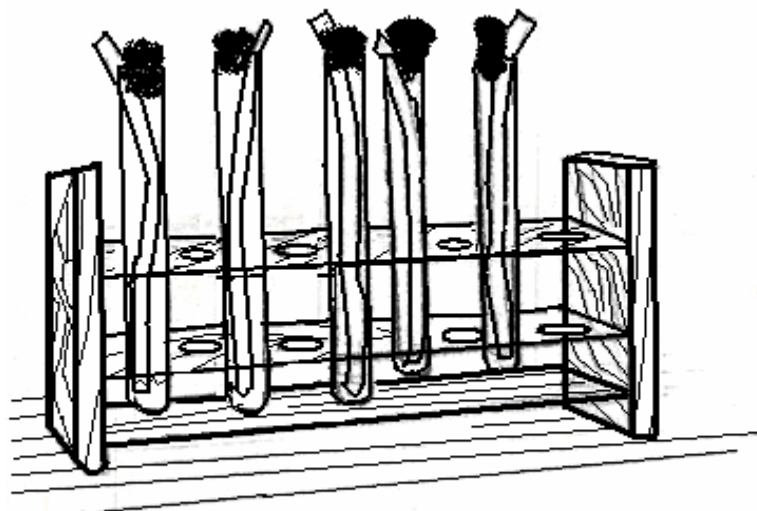


Рисунок 1 – Штатив с пробирками для хроматографирования на бумаге

Основным показателем в бумажной хроматографии является величина коэффициента подвижности хроматографируемых веществ:

$$R_f = \frac{f_n}{f_p}, \quad \text{где:}$$

f_n - смещение пятна растворенного вещества, см;

f_p - смещение фронта растворителя, см.

В начальный момент времени проба (капля) хроматографируемой смеси А наносится на стартовую линию полоски бумаги, которую погружают нижним концом (восходящая хроматография) в растворитель.

Растворитель поднимаясь по бумаге вверх увлекает со стартовой линии и нанесенные на бумагу вещества пробы анализируемого раствора. Соответственно своим физико-химическим свойствам вещества смеси движутся вверх с разной скоростью.

Если вещества окрашены, то через некоторое время на полоске бумаги (хроматограмме) можно будет увидеть отдельные цветные пятна. Если вещества не окрашены, то их опрыскивают специальными веществами проявителями, которые придают им окраску.

Например, как показано на рисунке 2,

вещество 1 будет иметь $R_{f_1} = \frac{f_1}{f_p}$, а для

вещества 2 будет $R_{f_2} = \frac{f_2}{f_p}$.

При постоянстве условий опыта R_f данного вещества является величиной постоянной и может быть использована для идентификации веществ.

При количественном анализе концентрацию веществ в анализируемой смеси можно вычислить исходя из площади пятна по формуле:

$$S = a \cdot \ln c + b, \text{ где:}$$

$\ln c$ - натуральный логарифм от концентрации вещества;

S - площадь пятна от отдельного вещества, см²;

a и b - эмпирические коэффициенты.

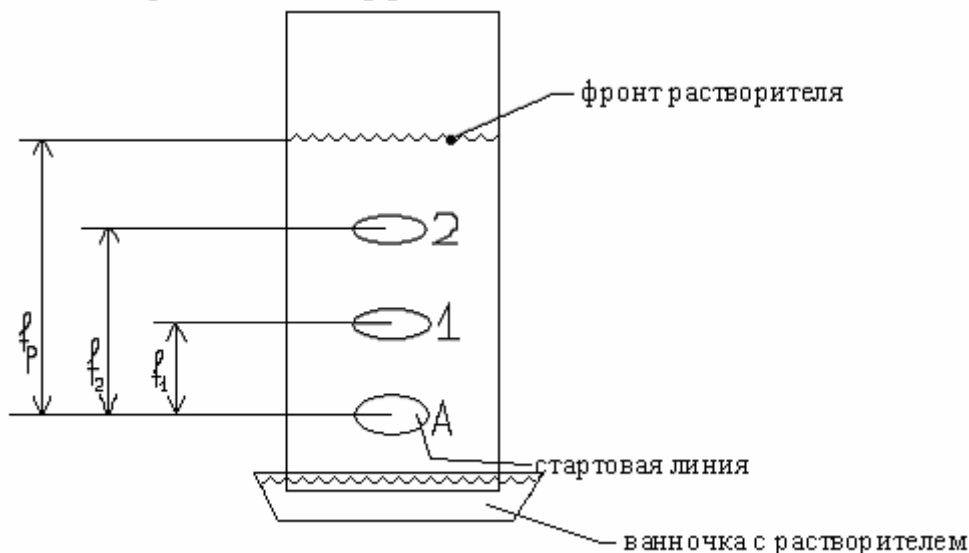


Рисунок 2 – Схема бумажной хроматограммы

Вместо площади можно определить массу пятна, для этого хроматограммы высушивают, пятно вырезают и взвешивают. На основании данных полученных от хроматограмм растворов с известными концентрациями определяемых веществ строят калибровочные графики откладывая по оси абсцисс – натуральные логарифмы концентраций, а по оси ординат - массу пятен (или площадь).

Для достаточной точности проводят по 6-10 параллельных определений, как для стандартных растворов, так и для растворов веществ с неизвестной концентрацией. Точность анализа будет определяться правильно найденными границами пятен и выбранными концентрациями при которых наблюдается линейная зависимость между площадью (массой) пятна и $\ln c$.

Лабораторная работа 2. **Качественный анализ смеси ионов Cu^{2+} и Cd^{2+} методом хроматографии по бумаге**

Цель работы: Научиться методом бумажной хроматографии разделять и идентифицировать ионы меди и кадмия.

Сущность работы.

Ионы меди и кадмия разделяют на бумаге в восходящем токе подвижного растворителя - смеси бутилового спирта и соляной кислоты. Открываются ионы при помощи обычных аналитических реактивов: сероводорода и ферроцианида калия.

Приборы и реактивы:

Пробирка диаметром 15 мм и длиной 180 мм.

Пробка с крючком.

Капилляр.

Пульверизаторы - 2 шт.

Бутиловый спирт.

Соляная кислота, х.ч. концентрированная.

Сульфид аммония, раствор. Этот раствор получают насыщением 2 н. раствор аммиака сероводородом до прекращения образования осадка с $MgCl_2$ в отдельной пробе. Полученный раствор разбавляют равным объемом 2 н. раствора NH_4OH .

Ферроцианид калия $K_4[Fe(CN)_6]$, насыщенный раствор.

Бумага для хроматографии.

Выполнение работы

Разделение производят на полоске бумаги для хроматографии шириной 1 см. и длиной 13,5 см. На расстоянии 1 см от одного из концов полоски наносят пипеткой 1 каплю исследуемого раствора, стартовое пятно. Полученное на бумаге пятно осторожно подсушивают теплым воздухом над пламенем горелки или над электрической плиткой. Наливают в пробирку 0,5-1 мл. смеси, состоящей из 80 % (по объему) бутилового спирта и 20 % соляной кислоты. Закрывают пробирку пробкой с крючком, к которому предварительно прикрепляют полоску бумаги пятном вниз. Можно также пользоваться пробками без крючка. Конец полоски, на который нанесена испытуемая проба, должен быть погружен в жидкость примерно на 3-5 мм. Через 2ч, когда фронт растворителя поднимется кверху и будет на расстоянии 5 мм от пробки, опыт прекращают, бумагу вынимают и высушивают в сушильном шкафу при температуре $110^\circ C$.

Высушенную бумажную полоску опрыскивают из пульверизатора раствором сульфида аммония, тогда внизу появится черная зона меди, вверху - желтая зона кадмия.

Проявление можно вести и несколько иначе. На расстоянии 4,5-5 см от нижнего края полоски пипеткой наносят 1 каплю насыщенного раствора ферроцианида калия. В присутствии меди на хроматограмме появится красно-бурая зона. На расстоянии 8-8,5 см от нижнего края наносят 1 каплю раствора сульфида аммония. Появление желтой зоны укажет на наличие кадмия.

В конце работы составляют краткий отчет, где указывается продолжительность получения хроматограммы и измеренные расстояния, пройденные подвижным растворителем и разделенными ионами от стартового пятна. На основании этих измерений рассчитывают R_f ионов меди и кадмия.

Подобным же образом можно произвести разделение следующих пар ионов: $\text{Fe}^{3+} - \text{Co}^{2+}$; $\text{Hg}^{2+} - \text{Ni}^{2+}$; $\text{Hg}^{2+} - \text{Pb}^{2+}$; $\text{Hg}^{2+} - \text{Cu}^{2+}$; $\text{Pb}^{2+} - \text{Bi}^{3+}$; $\text{Ni}^{2+} - \text{Bi}^{3+}$.

Во всех случаях концентрация обнаруживаемых ионов около 2 мг/мл.

Фотометрия (Фотоколориметрия и спектрофотометрия). Краткие теоретические сведения

Вещества поглощают и отражают электромагнитное излучение. Вещества, поглощающие часть излучения в пределах длин волн 400-760 нм, окрашены. Наряду с поглощением и отражением видимого света есть вещества поглощающие излучения в ультрафиолетовой (200-400 нм) и инфракрасной (0,8-25 мкм) областях спектра. Величина, характер поглощения и отражения света зависит от природы вещества и его концентрации в растворе. На этом основаны фотометрические методы качественного и количественного анализа природных и производственных химических систем и промышленных растворов.

Основные величины, характеризующие светопоглощение

Если пропустить через слой вещества (в частном случае раствора) пучок света с интенсивностью I_0 , то после прохождения через этот слой его интенсивность уменьшится до I_t . Потерями излучения вследствие отражения и рассеяния обычно можно пренебречь и тогда отношение:

$$T = \frac{I_t}{I_0} \quad (1)$$

характеризует пропускание (поглощение) света. Величина пропускания T может изменяться от 0 до 1. Иногда эту величину умножают на 100 и выражают в процентах. Если величина T отнесена к толщине слоя в 1 см., то она называется коэффициентом пропускания. Отрицательный десятичный логарифм этого отношения называют величиной оптической плотности - D :

$$D = -\lg T \quad (2)$$

Оптической плотностью называют также десятичный логарифм от величины, показывающей во сколько раз световой поток ослабляется при прохождении через слой вещества в 1 см.

$$D = \lg \frac{I_0}{I_t} \quad (3)$$

Величина оптической плотности может принимать любые положительные значения (от 0 до ∞), однако современные приборы позволяют измерять величины оптической плотности, не превышающие 2.

Поглощение светоизлучения веществами происходит в соответствии с основным законом светопоглощения - законом Бугера-Ламберта-Бера. В случае поглощения излучения раствором этот закон имеет следующее выражение:

$$I_t = I_0 \cdot 10^{-\epsilon l c} \quad (4), \text{ где:}$$

I_0 и I_t - интенсивности светового луча;

c - концентрация вещества, поглощающего свет, моль/л;

l - толщина слоя раствора, поглощающего свет, см;

ϵ - молярный коэффициент поглощения растворенного вещества.

Величина ϵ зависит от природы вещества, поглощающего свет, от выбранной длины волны и температуры.

Используя уравнение (1), можно уравнение (4) преобразовать в следующее:

$$T = \frac{I_t}{I_0} = 10^{-\epsilon l c} \quad (5)$$

С учетом уравнения (2) получим

$$D = -\lg T = \epsilon l c \quad (6)$$

т.е., если светопоглощение раствора подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера, то оптическая плотность раствора при постоянной температуре прямо пропорциональна толщине слоя и величине молярного коэффициента поглощения вещества. В этом случае график зависимости оптической плотности от концентрации выражается прямой линией, идущей от начала координат (рис.1). Если же основной закон светопоглощения не соблюдается, то прямолинейная зависимость нарушается.

Закон Бугера-Ламберта-Бера справедлив только для монохроматического излучения в средах с постоянным показателем преломления. В измеряемом растворе не должно происходить химических превращений (полимеризации, конденсации, гидролиза, диссоциации и т.д.). С изменением температуры молярный коэффициент поглощения изменяется сравнительно мало.

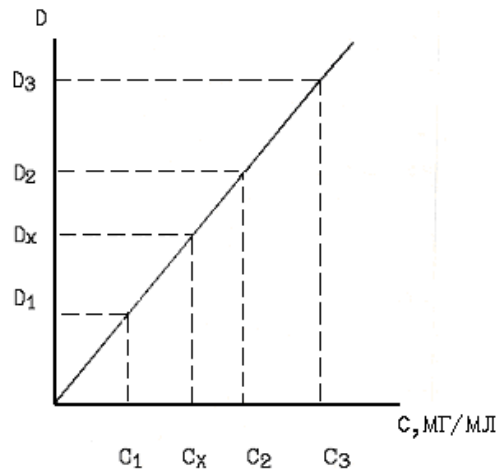


Рисунок 1 – График зависимости оптической плотности от концентрации.

Спектр поглощения

Зависимость светопоглощения от длины волны излучения выражается кривой (спектром) поглощения (абсорбции) света данным веществом. Спектр поглощения может быть представлен в виде графика, на котором по оси абсцисс откладываются длины волн (в Å , нм или мкм) или волновые числа (величины обратные длинам волн, в см^{-1}). По оси ординат спектра поглощения располагают оптические плотности, логарифмы оптических плотностей, молярные коэффициенты погашения или логарифмы молярных коэффициентов погашения.

Спектр поглощения характеризуется наличием в нем определенного числа полос. Каждая полоса характеризуется в свою очередь положением максимума и выражается соответствующей длиной волны I_{max} или волновым числом V_{max} , ее высотой (D_{max} или E_{max}) и полушириной (a) (рис.2), т.е. расстоянием между длинами волн, соответствующим половинным значениям максимального молярного коэффициента погашения или максимальной величине оптической плотности.

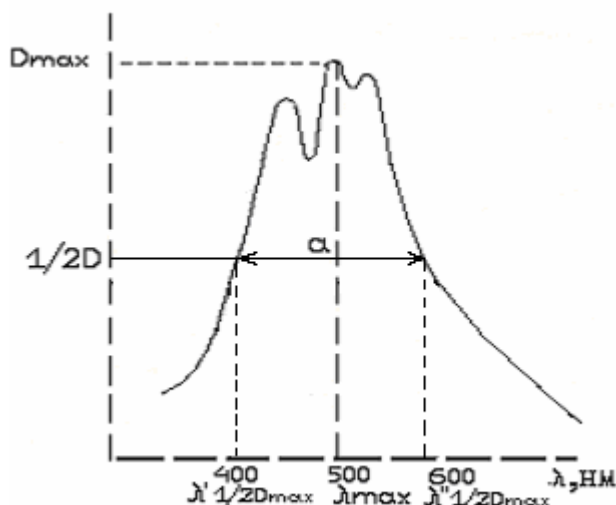


Рисунок 2 – Пример спектра поглощения окрашенного раствора ($a = I'1/2D_{max} - I''1/2D_{max}$ означает размытость максимума поглощения).

Спектр поглощения является индивидуальной характеристикой данного вещества. На изучении спектров поглощения основан качественный анализ поглощающих свет веществ, в том числе и открытие многих функциональных групп в органических веществах.

Количественный анализ по светопоглощению основан главным образом на использовании закона Бугера-Ламберта-Бера [уравнение (6)]. Количественный анализ по светопоглощению разделяют на фотоколориметрию и спектрофотометрию.

Фотоколориметрический анализ основан на измерении поглощения полихроматического излучения видимой части спектра.

Спектрофотометрический анализ – анализ основан на измерении поглощения монохроматического излучения как в видимой, так и в примыкающих к нему ультрафиолетовой и инфракрасной областях спектра.

Спектрофотометрический анализ отличается от фотоколориметрического не только большими возможностями, благодаря широкому диапазону длин волн, но и большей точностью в связи с использованием монохроматического излучения. Приборы, применяемые в спектрофотометрии (различного типа спектрофотометры), более сложны, чем приборы, используемые в фотоколориметрии (фотометры и фотоэлектроколориметры – ФЭКИ).

Нулевые растворы

При измерении оптической плотности раствора необходимо помнить об аддитивности (суммарности) этой величины. Если в кювету сравнения поместить дистиллированную воду, то значение оптической плотности кюветы измерения будет слагаться только из суммы оптических плотно-

стей всех компонентов (A, B и т.д.), находящихся в растворе (за исключением воды):

$$D = (e_A c_A + e_B c_B + \dots) l$$

Если же в кювету сравнения вместо воды поместить раствор, содержащий все компоненты в тех же концентрациях, что и в измеряемом растворе, за исключением компонента, подлежащего определению, то будет измерена оптическая плотность интересующего нас вещества (например, вещества A):

$$D = e_A c_A l$$

Раствор, помещаемый в кювету сравнения, называют нулевым раствором или раствором сравнения.

Выбор длины волны излучения и светофильтра в фотометрическом анализе

В фотометрическом анализе для измерения светопоглощения выбирают такую спектральную область (или длину волны), в которой достигается наибольшая чувствительность и точность количественных определений. Выбранная для измерений длина волны светового излучения должна удовлетворять нескольким требованиям, из которых важнейшими являются следующие:

- а) высокая чувствительность рецептора (глаза, фотоэлемента) к выбранной длине волны;
- б) хорошая воспроизводимость результатов при небольших отклонениях длины волны поглощаемого излучения (плоские максимумы на спектрах поглощения);
- в) соблюдение основного закона светопоглощения.

В зависимости от условий измерение оптической плотности раствора производят при длине волны максимального поглощения (при I_{\max}), либо при длине волны оптимального поглощения ($I_{\text{опт}}$), либо при длине волны изобестической точки ($I_{\text{изобест}}$).

Наиболее эффективно измерение оптической плотности при I_{\max} , при которой наблюдается максимальное поглощение света исследуемым раствором. Дифференцируя уравнение (6) по C (при $l=1$), получим:

$$\frac{dD}{dC} = e_{\max} \quad (7)$$

$$\frac{\Delta D}{\Delta C} = e_{\max} \quad (8)$$

Здесь e_{\max} - называют молярным коэффициентом погашения (поглощения). Физический смысл e в том, что при $C = 1 \frac{\text{моль}}{\text{л}}$ и $l = 1 \text{ см}$ $e = D$.

Из уравнений (7), (8) и рис.3. видно, чем выше значение молярного коэффициента погашения вещества и чем выше оптическая плотность исследуемого

двумого раствора, тем меньше изменение концентрации данного вещества можно обнаружить.

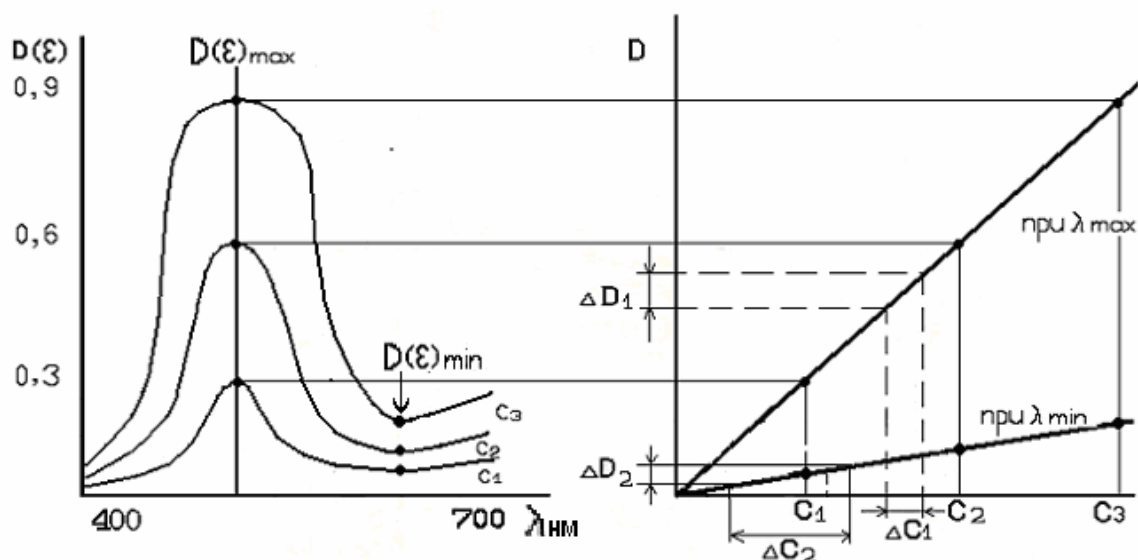


Рисунок 3 – Сопоставление погрешностей фотометрического определения при различных длинах световых волн.

Величина молярного коэффициента погашения всегда является наибольшей при длине волны максимального поглощения (при I_{max}). Следовательно при одинаковом изменении оптической плотности раствора на величину ΔD (ошибка измерения) соответствующее ему изменение концентрации ΔC (ошибка определения) будет гораздо больше при I_{min} (ΔC_2), чем при I_{max} (ΔC_1), т.е. точность определения будет тем выше, чем ближе длина волны поглощаемого света к I_{max} , (рис3).

Измерение оптической плотности раствора в области максимального поглощения лучей позволяет повысить чувствительность определения. Поскольку последняя оценивается величиной молярного коэффициента поглощения (погашения), то наибольшее его значение при I_{max} обуславливает и наибольшую чувствительность определения.

Монохроматическое излучение с I_{max} выделяют на спектрофотометрах при помощи монохроматоров, а область максимального поглощения света при фотоколориметрическом анализе – обеспечивают соответствующими светофильтрами которыми обычно снабжены ФЭКи. Светофильтры подбирают, исходя из спектра поглощения определяемого вещества, так, чтобы спектральная область максимального поглощения лучей окрашенным раствором и область максимального пропускания лучей светофильтром была одной и той же, т.е. максимум поглощения раствора должен

совпадать с максимумом пропускания (минимумом поглощения) светофильтра.

Ориентировочно светофильтры подбирают как показано в таблице:

Окраска раствора		Цвет светофильтра
Диапазон длин волн, нм	Цвет	
400-450	Фиолетовый	Желто-зеленый
450-480	Синий	Желтый
480-490	Зелено-синий	Оранжевый
490-500	Сине-зеленый	Красный
500-560	Зеленый	Пурпурный
560-575	Желто-зеленый	Фиолетовый
575-590	Желтый	Синий
590-625	Оранжевый	Зелено-синий
625-750	Красный	Сине-зеленый

Чувствительность фотометрических методов

При спектрофотометрических и фотоколориметрических определениях необходима объективная оценка наименьшего количества вещества, которое может быть определено при помощи цветной реакции.

В ряде случаев для таких оценок используют максимальные значения молярных коэффициентов погашения e_{\max} . Так, например, зная величину e_{\max} , из уравнения (6) можно рассчитать минимальную концентрацию (в моль/л) вещества, поддающуюся спектрофотометрическому определению:

$$C_{\min} = \frac{D_{\min}}{e_{\max} \cdot l_{\max}}$$

Если принять $D = 0,001$; $l = 1$ см, $e_{\max} = 100000$, то

$$C_{\min} = \frac{1 \cdot 10^{-3}}{1 \cdot 10^5} = 1 \cdot 10^{-8} \text{ моль/л}$$

При увеличении толщины слоя до $l = 10$ см чувствительность определения можно повысить в 10 раз, т.е. $C_{\min} = 1 \cdot 10^{-9}$ моль/л.

При фотоколориметрических определениях предельно достижимой признают величину D_{\min} около 0,01. Молярный коэффициент погашения окрашенных соединений обычно не превышает 50000 и C_{\min} соответственно не будет меньше чем 10^{-7} моль/л (при $l=1$ см).

Лабораторная работа 3.

Фотоколориметрическое определение хрома в виде хромата (бихромата) методом сравнения

Цель работы: Научиться фотоколориметрически определять концентрацию растворенного вещества методом сравнения оптических плотностей исследуемого и стандартного растворов.

Сущность работы: Для колориметрирования используется светопоглощение ионами, образованными шестивалентным хромом. Измеряют оптические плотности стандартного раствора известной концентрации и исследуемого раствора. Светопоглощение растворов подчиняется закону Бугера-Ламберта-Бера. Максимальное поглощение светоизлучения растворами бихромата наблюдается при 400-450 нм.

Концентрацию элемента в исследуемом растворе C_x определяют по формуле:

$$C_x = C_{ст} \frac{D_x}{D_{ст}}$$

Чувствительность метода 50 мкг в 50 мл конечного объема при толщине слоя раствора 50 мм.

Метод сравнения особенно удобен для ускоренного однократного анализа и дает удовлетворительные результаты, если концентрация стандартного и исследуемого растворов различаются не более чем в десять раз. Определению хрома мешает присутствие в растворе ванадия, урана, марганца (II) и восстановителей.

Оборудование:

	шт
1) Фотоколориметры;	1
2) Кюветы $l=5\text{см}$;	3
3) Мерные колбы на 100мл;	2
4) Мерная колба на 1000 мл;	1
5) Пипетка градуированная на 1 мл;	1
6) Пипетка градуированная на 10 мл;	1

Реактивы:

1) Титрованный раствор бихромата калия содержащий 0,1 мг хрома (VI) в 1 мл(т.е. 0,2818 г. $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в 1 литре воды). 1000мл	
2) Нитрат серебра-0,05н раствор	50мл
3) Персульфат аммония - 25% раствор	100мл
4) Серная кислота, разбавленная (1:1)	100мл
5) Исследуемый раствор	100мл

Задача: Определить содержание хрома в исследуемом растворе.

Выполнение работы.

Подготовка фотоколориметра к работе

1. Убедившись, что ручка регулирования чувствительности (7) до конца повернута по часовой стрелке (е.е. находится в положении «0»), подключить прибор к сети. Для этого нужно вилку стабилизатора (этот блок питания находится рядом с прибором) вставить в розетку, соединенную с заземленной шиной.

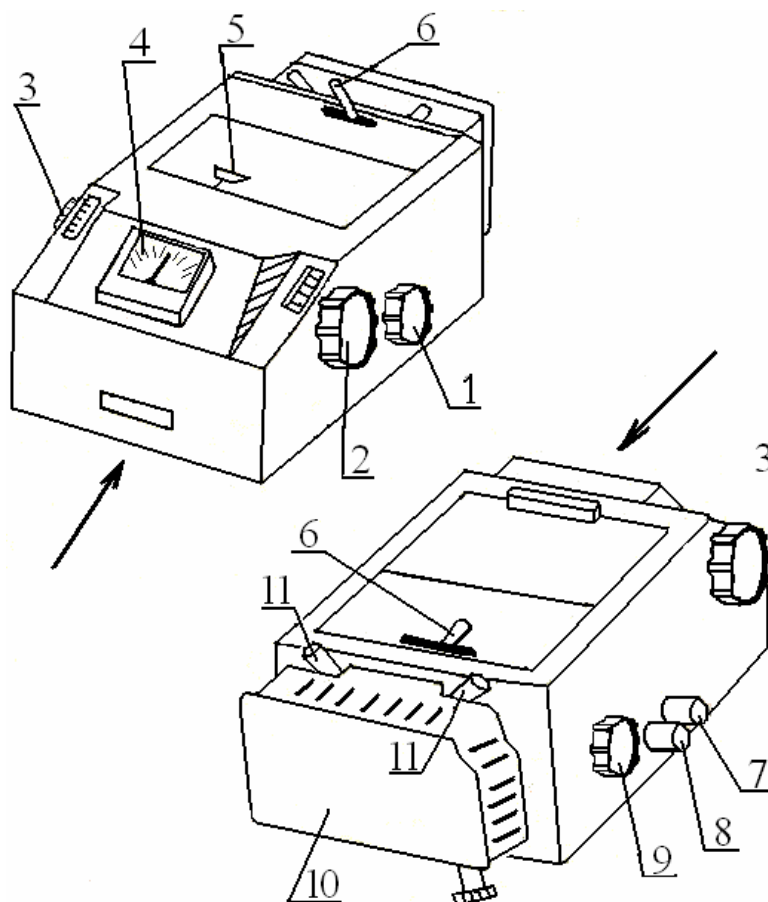
2. Включить тумблером на стабилизаторе осветительную лампу РН8-35, а другой тумблер на стабилизаторе поставить на позицию «вкл», т.е. подать на прибор сетевое напряжение.

3. С помощью ручки (9) установить нужный светофильтр. (Выбор светофильтра зависит от цвета исследуемого раствора).

4. Оставить прибор на 30 мин. включенным для прогрева.

5. Установить «электрический нуль». Для этого с помощью ручки (6) перекрывают шторкой оба световых потока и корректором (ручка 8) устанавливают стрелку миллиамперметра на «0», после чего шторку открывают. «Электрический нуль» проверяется время от времени и в период работы на приборе.

6. Установить чувствительность прибора поворотом ручки (7) так, чтобы при раскрытии правой измерительной диафрагмы на 1% стрелка микроамперметра отклонилась на 1-3 деления.



Работа на приборе (проведение измерений)

Последовательность операций при измерениях на ФЭК-56 и ФЭК-56М одна и та же.

В левый кюветодержатель под луч света на все время измерений устанавливается кювета с растворителем (здесь дистиллированная вода).

Под правый кюветодержатель помещаются две кюветы. Одна также с растворителем, как и в левом, а другая – с исследуемым веществом.

Под правый луч света сначала помещается кювета с исследуемым раствором. Индекс шкалы правого барабана устанавливается на отсчет ($D=100\%$). Вращением левого измерительного барабана добиваются установки стрелки микроамперметра на «0».

Фотометрирование исследуемого раствора

В мерную колбу емкостью 50 мл помещают 10 - 15 мл исследуемого раствора, содержащего 50-100 мкг хрома (III), прибавляют 5 мл. AgNO_3 , 10 мл. персульфата аммония, 5 мл H_2SO_4 и нагревают до кипения. Затем содержимое колбы охлаждают, доводят объем дистиллированной водой до метки и перемешивают. После этого в измерительную кювету отбирают часть раствора и измеряют его оптическую плотность, применяя синий светофильтр.

Фотометрирование стандартного раствора

Стандартные растворы готовят на дистиллированной воде из стандартных образцов соответствующих материалов, химический состав которых близок к составу анализируемого материала. В тех случаях, когда стандартные образцы отсутствуют, пользуются искусственно составленными растворами, содержащими определяемый элемент и по возможности все остальные компоненты анализируемого раствора и в тех же количествах. Лишь в крайних случаях пользуются растворами чистых солей. Концентрации стандартных растворов должны охватывать область возможной концентрации хрома в исследуемом растворе.

В данной работе титрованный раствор приготавливают растворением навески 0,2827г кристаллического бихромата калия в 1 литре дистиллированной воды.

В мерной колбе емкостью 50 мл приготавливают стандартный раствор, содержащий 100 мкг хрома. Для этого 1мл титрованного раствора бихромата переносят в мерную колбу на 50 мл. Объем раствора доводят до метки и перемешивают. Стандартным раствором заполняют такую же кювету в которую был помещен исследуемый раствор и измеряют его оптическую плотность применяя также синий светофильтр.

Оптические плотности исследуемого и стандартного растворов измеряют по отношению к нулевому раствору (дистиллированной воде). Измерения проводят несколько раз и результаты заносят в таблицу:

измерения	1	2	3	среднее
D_{ct}				
D_x				

По средним значениям D_x и D_{ct} вычисляют C_x :

$$C_x = C_{ct} \frac{D_x}{D_{ct}}$$

По концентрации определяемого элемента, найденной из измеренного значения оптической плотности, и общему объему раствору находят общее содержание хрома.

Общее содержание хрома в растворе:

$$m = C_x V_{p-ра}$$

Лабораторная работа 4. Фотоколориметрическое определение концентрации ионов меди (II) в растворе способом сравнения

Цель работы: Научиться определять концентрацию растворенных веществ фотоколориметрическим методом способом сравнения.

Оборудование:

- | | |
|-----------------------------------|----|
| 1. Фотоэлектроколориметр ФЭК-56М; | шт |
| 2. Кюветы $l = 1$ см; | 3 |
| 3. Бумажные салфетки; | 6 |
| 4. Мерные колбы 50мл; | 4 |
| 5. Бюретки на 25мл; | 2 |
| 6. Химический стакан 200мл; | 1 |

Растворы:

1. Стандартный раствор $CuSO_4$ с концентрацией ионов Cu^{+2} - 1 мг/мл - 100мл
2. Раствор аммиака (10%-ый) - 100мл
3. Исследуемый раствор ионов меди (II) - 100мл

Задача: Определить массу медь содержащего вещества в растворе.

Порядок выполнения работы

1. Включаем в сеть прибор ФЭК.
2. Устанавливаем у фотоэлектрориметра красный светофильтр, соответствующий растворам меди.
3. Приготавливаем для измерений на ФЭК стандартный и исследуемые растворы. Для этого с помощью бюретки берем по 25мл этих растворов и переносим их в отдельные мерные колбы на 50мл, добавляем туда же по 10мл 10%-ного раствора аммиака и доводим смеси до метки дистиллированной водой. Перемешиваем растворы оборачиванием колбочек, предварительно закрытых пробками.
4. Заполняем кюветы ФЭКа в соответствии с порядком измерения: две кюветы дистиллированной водой, а одну кювету медь содержащими растворами и устанавливаем их в прибор.
5. Измеряем на ФЭКе оптическую плотность медь содержащих растворов по 3 раза. Вычисляем их средние значения.

Результаты измерений:

Оптические плотности, D							
стандартный раствор				исследуемый раствор			
D ₁	D ₂	D _x	D _{ст. ср.}	D ₁	D ₂	D _x	D _{x. ср.}

6. Рассчитываем концентрацию ионов меди в исследуемом растворе исходя из равенств:

$$\frac{D_{ст}}{D_x} = \frac{C_{ст}}{C_x}; \quad D_{ст} C_x = D_x C_{ст}; \quad C_x = \frac{D_x C_{ст}}{D_{ст}}$$

7. Рассчитываем массу медь содержащего вещества в выданном растворе. Рассчитать это можно по формуле:

$$m = 2 \cdot C_x \cdot V \frac{M}{A}, \quad \text{где}$$

- C_x - концентрация ионов меди (II) в заданном растворе;
- V - объем заданного раствора;
- M - молярная масса вещества в заданном растворе;
- A - атомная масса меди;
- 2 - коэффициент учитывающий разбавление раствора при смешивании с раствором аммиака.

Лабораторная работа 5.

Спектрофотометрическое определение хрома и марганца при совместном присутствии в растворе прямым методом

Цель работы: Научиться определять в растворе концентрации двух компонентов при наличии в их спектрах поглощения участков в которых поглощается лишь один из компонентов.

<u>Оборудование:</u>		шт
1.	Спектрофотометр;	1
2.	Измерительные кюветы с $l = 1\text{ см}$;	4
3.	Мерные колбы на 100мл;	3
4.	Бюретки на 25мл в штативах;	3

Растворы:

1. Стандартный раствор KMnO_4 с концентрацией $2 \cdot 10^{-4}$ моль/л -100мл
2. Стандартный раствор $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ с концентрацией $1,66 \cdot 10^{-3}$ моль/л -100мл

Задание: Установить концентрации перманганата и бихромата калия в заданном растворе.

Ход выполнения работы

1. Определяем молярные коэффициенты поглощения (погашения) (ϵ) KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ при $l = 430\text{ нм}$ и $l = 550\text{ нм}$ (KMnO_4), т.к. при этих длинах волн одно из веществ поглощает минимально.

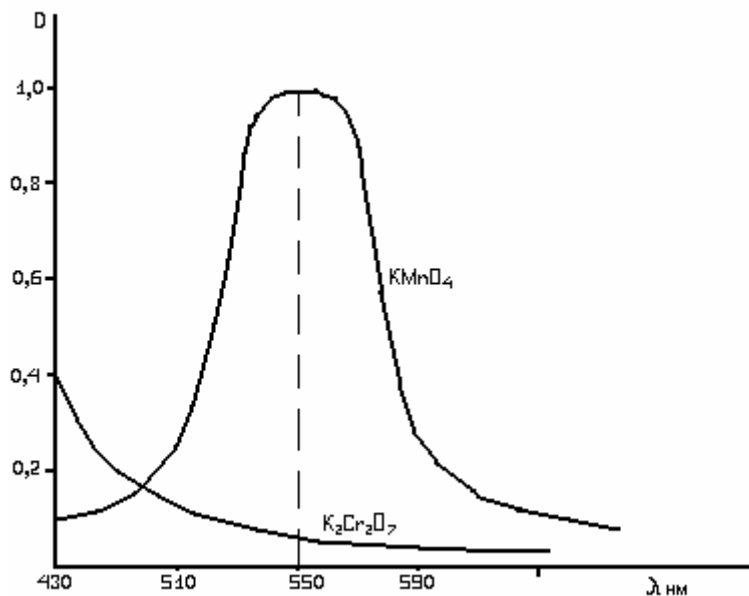


Рисунок 1 – Спектры поглощения перманганата и бихромата калия.

Для этого измеряем оптические плотности стандартных растворов при $\lambda = 430\text{нм}$ и $\lambda = 550\text{нм}$. Результаты измерений вносим в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты измерений

Измерения	1	2	3	Среднее
$\lambda = 430\text{нм}$ $D_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$				
$\lambda = 430\text{нм}$ D_{KMnO_4}				
$\lambda = 550\text{нм}$ D_{KMnO_4}				

Расчеты молярных коэффициентов поглощения:

$$e_{430 \text{ K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{D}{lC}$$

$$e_{430 \text{ KMnO}_4} = \frac{D}{lC}$$

$$e_{550 \text{ KMnO}_4} = \frac{D}{lC}$$

2. Определяем концентрации KMnO_4 и $\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$ в заданном растворе. Для этого трижды измеряем оптические плотности заданного раствора при $\lambda = 430\text{нм}$ и $\lambda = 550\text{нм}$. Результаты этих измерений вносим в таблицу 2.

Таблица 2 – Результаты измерений

Измерения	1	2	3	Среднее
D_{430}				
D_{550}				

Вычисляем молярную концентрацию C_{KMnO_4} :

$$C_{\text{KMnO}_4} = \frac{D_{550}}{e_{\text{KMnO}_4} \cdot l}$$

Вычисляем молярную концентрацию $C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$ из формулы:

$$D_{430} = e_{\text{KMnO}_4} C_{\text{KMnO}_4} + e_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}$$

$$C_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7} = \frac{D_{430} - e_{\text{KMnO}_4} \cdot C_{\text{KMnO}_4}}{e_{\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7}}$$

Рефрактометрия.

Краткие теоретические сведения

Прозрачные вещества – растворители или растворы, различные стекла и газы, находящиеся в контакте друг с другом проявляют такое физико-химическое свойство как рефракция, то есть на границе они меняют направление светового луча, проходящего из одного прозрачного вещества в другое, то есть они преломляют луч (рис 1). На этом основан рефрактометрический анализ оценки качества растворителей, растворов, а также товаров содержащих растворенные или переходящие в раствор вещества.

Отношение синуса угла падения луча ($\sin a$) к синусу угла преломлённого луча ($\sin b$) называют показателем преломления n .

Показатель преломления для монохроматического излучения с увеличением длины волны уменьшается. Для конкретной длины волны и конкретных веществ показатель преломления является постоянной величиной. Для тех или иных веществ показатель преломления обычно находят при температуре 20° и при длинах волн $I_F = 486,1$; $I_D = 589,3$ и $I_C = 656,3$. Эти длины волн являются характерными для излучений от ртутной, натриевой и водородной ламп.

Для некоторых пар веществ, например для сахарозы и стекла, показатель преломления увеличивается при увеличении концентрации раствора сахарозы. Это свойство растворов и используют для установления концентрации сахара в сахарной свекле или в растворах на сахарных заводах.

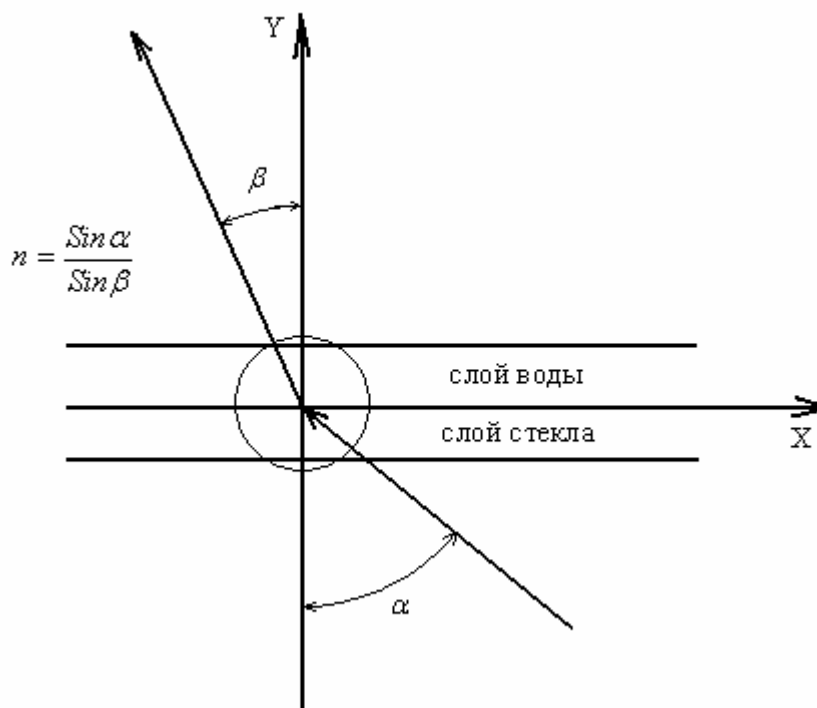


Рисунок 1 – Схема преломления луча.

Рефрактометрию применяют также для оценки качества плодов, ягод и овощей путём определения в них сахаров и сухих веществ в целом, жира в продуктах пищевой промышленности, спирта в водке, белков в крови, а также для идентификации различных органических веществ.

Лабораторная работа 6.

Определение содержания сахарозы в водном растворе на лабораторном рефрактометре ИРФ-454Б2М

Цель работы: научиться определять концентрацию растворённых веществ на лабораторном рефрактометре.

<u>Оборудование и реактивы:</u>	шт
Рефрактометр	2
Бюретка на 25 мл в штативе	1
Мерные колбы на 50 мл	6
Химические стаканы на 100 мл	6
Бумажные салфетки	6
Пипетки на 1 мл	6
Раствор сахарозы 50%	150 г

Задание: 1) Провести калибровку рефрактометра по растворам сахарозы с известной концентрацией. 2) Определить концентрацию сахарозы в заданном растворе.

Ход работы

1. Приготовление растворов сахарозы с концентрациями 5%, 10%, 15%, 20%, 25% из раствора с концентрацией 50%. Для удобства разбавления рассчитаем молярные концентрации исходного раствора сахарозы и растворов означенных процентных концентраций по формуле:

$$M = \frac{d \cdot 1000 \cdot C_{50\%}}{100 \cdot m} \quad \text{где: } C - \text{концентрация в процентах, \%};$$

d – плотность растворов, г/мл;

M – молярная масса сахарозы, г/моль.

Таблица 1 – Расчетные данные для приготовления растворов с известной концентрацией

С, %	50	25	20	15	10	5
d растворов, г/мл	1,23	1,104	1,081	1,059	1,038	1,018
$M_{50\%}$, моль/л						
$V_{50\%}$, мл						

Рассчитаем объёмы исходного раствора сахарозы $V_{50\%}$, необходимые для приготовления 50 мл растворов с заданными процентными концентрациями по формуле:

$$V_{50\%} M_{50\%} = 50 M_{C\%};$$

$$V_{50\%} = \frac{50 \cdot M_{C\%}}{M_{50\%}}, \text{ мл};$$

Результаты расчетов занести в таблицу 1.

С помощью бюретки отбирают рассчитанные объёмы ($V_{50\%}$) исходного раствора сахарозы в мерные колбы на 50 мл и доводя их до метки дистиллированной водой. Таким образом, приготавливаем стандартные растворы с концентрациями 5%, 10%, 15%, 20% и 25%.

2. На рефрактометре измеряют коэффициенты преломления (n) для приготовленных стандартных растворов. Результаты измерений вносят в таблицу 2.

Таблица 2 – Результаты измерений коэффициента преломления у калибровочных растворов

С, %						
n						

По данным таблицы 2 строят калибровочный график:

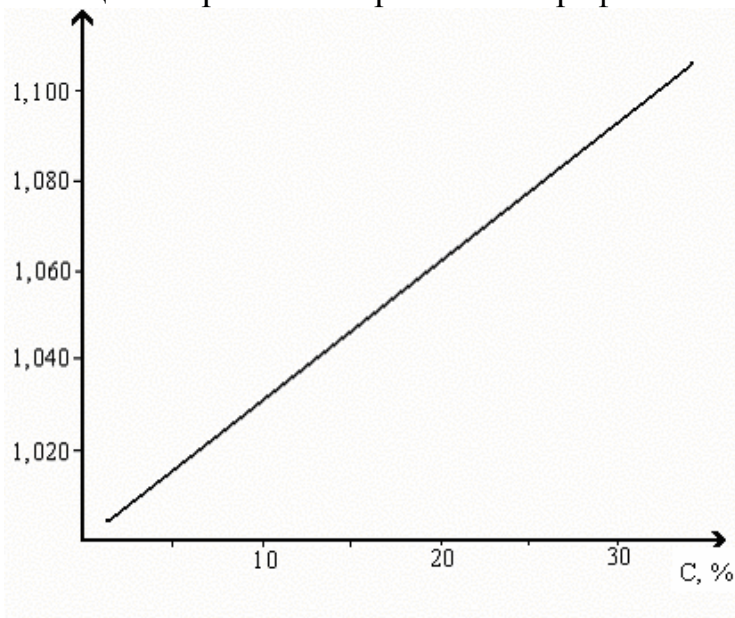


Рисунок 2 – Калибровочный график.

3. Задача. Определить коэффициент преломления для раствора сахаразы с неизвестной концентрацией и по калибровочному графику найти эту концентрацию.

Таблица 3 – Результаты измерений

Порядок измерений				
n				
C, %				

Поляриметрия.

Краткие теоретические сведения

Поляриметрия основана на физико-химическом свойстве веществ поворачивать плоскость колебания светового луча на определенный угол вправо или влево.

По теории электромагнитных колебаний у естественного светового луча, идущего от любого источника, колебания электрического и магнитного векторов происходит одинаковым образом во всех плоскостях, пересекающихся по прямой, совпадающей с направлением луча света.

При прохождении естественного светового луча через анизотропные кристаллы, неодинаково пропускающие колебания в разных плоскостях, на выходе из такого кристалла можно получить световые колебания, происходящие только в одной плоскости. Эту плоскость называют плоскостью колебания поляризованного света, а луч плоско поляризованным.

Свойство некоторых материалов, выделять из хаотичных колебаний плоскополяризованные световые колебания, обусловлено особенностями их кристаллической решетки. Такими особенностями обладают, например, прозрачный исландский шпат (CaCO_3) и природный кварц SiO_2 .

Многие вещества, представляющие собой товарную продукцию различных производств, в виде жидкости или растворов обладают свойством поворачивать (вращать) на определенный угол влево (-) или вправо (+) плоско поляризованный луч. Такая оптическая активность характерна органическим веществам, имеющим асимметрические атомы углерода. Плоско поляризованный луч вращают большинство углеводов, антибиотики, глюкозиды, алкалоиды, эфиры, масла и ряд других веществ.

Между концентрацией растворенных веществ и величиной угла поворота (α) поляризованного луча существует количественная зависимость.

$$\alpha = (\alpha) \cdot L \cdot C, \text{ где:}$$

α - удельное вращение плоскости поляризации, т.е. угла поворота плоскости поляризации (в градусах) в слое раствора в 1дм при концентрации 100г вещества в 100см³ при температуре 20°С и для длины волны 589нм;

C -концентрация в г/мл;

L - длина кюветы, дм.

Для измерения такой зависимости созданы специальные приборы - поляриметры. Их разновидностью являются целевые приборы – сахариметры, глюкозиметры. Отсчетная шкала таких приборов показывает не угол вращения, а сразу массовую долю (%) сахарозы или глюкозы в растворе.

Поляриметрический анализ широко применяется для определения качества товарной сахарной свеклы, а также для контроля технологических процессов заводского получения сахара. По величине и направлению плоско поляризованного света судят также и о качестве ряда медицинских препаратов, и технически важных веществ.

Лабораторная работа 7.

Поляриметрическое определение содержания глюкозы в водном растворе

Цель работы: Научиться определять содержание в растворах оптически активных веществ.

Оборудование:

1. Лабораторный поляриметр	шт
2. Поляриметрическая кювета (трубка)	1
3. Мерные колбы на 50мл	5
4. Салфетки из фильтровальной бумаги	5

<u>Реактивы:</u> 1) Растворы глюкозы с концентрацией:		мл
	5%	50
	10%	50
	15%	50
	20%	50
2) Контрольный раствор глюкозы		50

Порядок выполнения работы

1. Подготовка поляриметра к работе.

Перед выполнением работы поляриметр нужно установить в рабочее положение. Если в работе используется поляриметр портативный П-161, его подготовка заключается в следующем.

Из прибора убирается кювета. Прибор устанавливается так, чтобы дневной свет или свет от матовой электрической лампочки с помощью зеркала направлялся в поляризационное устройство (нижнюю часть прибора). Через окуляр прибора наблюдают тройное фотометрическое поле. Вращением оправы окуляра устанавливают окуляр на резкое изображение линий раздела тройного фотометрического поля.

Далее вращением кольца анализатора тщательно добиваются равной яркости всех трех частей поля зрения (на рисунке 1 позиция 2).

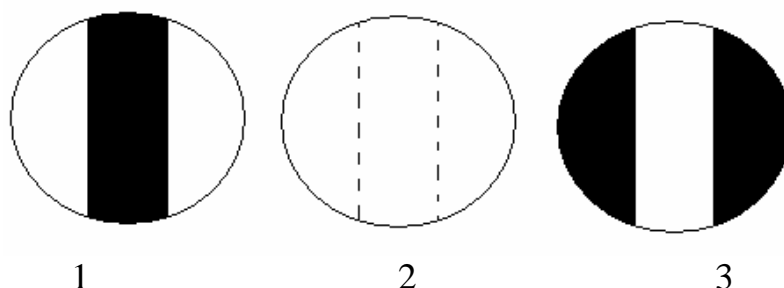


Рисунок 1 – Тройное фотометрическое поле в зависимости от положения нониуса:

1. Нониус находится в крайнем левом положении;
2. Нулевое положение;
3. Нониус находится в крайнем правом положении

Если нулевой штрих нониуса при повороте анализатора на равенство частей тройного поля оказался относительно нулевого штриха лимба смещенным по часовой стрелке, то нулевому отсчету приписывается знак (+), если против часовой стрелки знак (-). Установку на равномерную яркость частей поля зрения повторяют пять раз. Каждый раз берут отсчет по нониусу. Цена деления лимба 1° . Цена деления нониуса $0,1^\circ$. Средняя величина отсчетов является нулевым отсчетом прибора (таблица 1). Результаты отсчетов заносят в таблицу 1:

Таблица 1

Порядок нулевого отсчета	1	2	3	4	5	Среднее
Отсчет со знаком(+) или (-).						

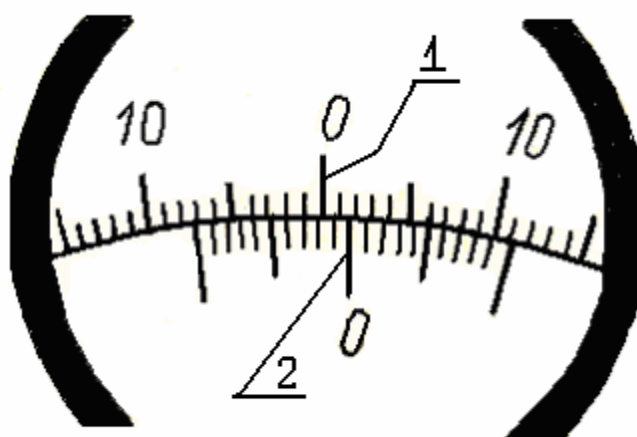


Рисунок 2 – Лимб и нониус (градуированная шкала лимба - 1 и нониус - 2)

2. Калибровка прибора по растворам глюкозы с концентрациями 5, 10, 15, 20%.

Перед началом измерений необходимо убедиться в полной чистоте кюветы. Если есть сомнения в чистоте кюветы, ее разбирают и тщательно прополаскивают струей дистиллированной воды, а затем осушают фильтровальной бумагой пропитанной этиловым спиртом. Также очищают и покровные стекла кюветы. При сборке на один конец кюветы накладывают покровное стекло, резиновую прокладку и навинчивают крепежную гайку. Затем кювету наполняют раствором глюкозы с концентрацией 5% до тех пор пока на верхнем конце кюветы не появится выпуклый мениск. Мениск сдвигается в сторону надвиганием на край кюветы другого покровного стекла. На это покровное стекло также накладывают резиновое колечко (прокладку) и наворачивают крепежную гайку, но не туго. В заполненной и закрытой кювете не должно быть пузырьков воздуха, а покровные стекла с наружной стороны необходимо протереть тщательно и насухо. Подготовленную кювету помещают в гнездо прибора между поляризатором и анализатором.

Далее смотрят в окуляр прибора. При этом наблюдается резкое различие освещенности центральной части тройного фотометрического поля. поворотом анализатора устанавливают равенство яркостей частей поля зрения и берут отсчет в следующем порядке. Сначала смотрят на сколько полных градусов повернут нуль нониуса по отношению к нулю лимба. Затем подсчитывают число долей от нуля нониуса до штриха нониуса, совпадающего с градусным штрихом лимба, и умножают полученное число делений на 0,1. К числу градусов, взятых по лимбу, прибавляют отсчет по нониусу. Такую установку равенства яркостей всех трех частей фотометрического поля делают пять раз. И из среднего значения угла поворота плоскости поляризации вычитают нулевой отсчет, учитывая знак нулевого отсчета.

Далее все операции заполнения кюветы и измерения значений угла поворота плоскости поляризации светового луча повторяют с растворами других концентраций, предварительно вылив из кюветы предыдущий раствор.

Результаты измерений заносят в таблицу 2.

Таблица 2 – Измерение значения a калибровочных растворов глюкозы

Порядок измерений Концентрация глюкозы, C %	1	2	3	4	5	a ср.
5						
10						
15						
20						

По средним значениям a строят калибровочный график в координатах $a - C$, % (рис 3).

3. Определение концентрации глюкозы в контрольном растворе.

Соблюдая ту же последовательность, что и при работе с калибровочными растворами контрольным раствором заполняют колориметрическую кювету и проводят измерения угла поворота плоско поляризованного луча.

Результаты измерений заносят в таблицу 3.

Порядок измерений	1	2	3	4	5	Среднее значение
a°						

По среднему значению a на калиброванном графике определяют концентрацию контрольного раствора.

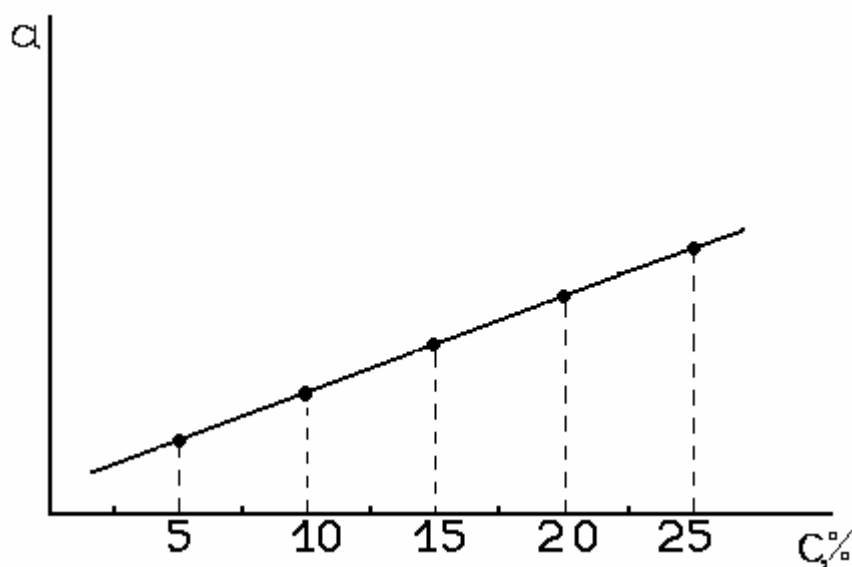


Рисунок 3 – Калибровочный график

Заканчивая работу, раствор из поляриметрической кюветы выливают. Саму кювету и покровные стекла вымывают и насухо протирают фильтровальной бумагой.

Все измерения вращательной способности растворов необходимо проводить при температуре в пределах $20 \pm 5^\circ\text{C}$.

Потенциометрия.

Краткие теоретические сведения

Многие растворённые вещества (главным образом вещества - электролиты) обладают физико-химическим свойством создавать или изменять электрический потенциал на поверхности электропроводящего материала. Такой материал, помещенный в раствор, называется химическим электродом. Величина потенциала зависит от природы материала, помещенного в раствор, природы и концентрации растворённых веществ и температуры раствора. Это явление образования электрического потенциала на поверхности материалов, находящихся в растворе, лежит в основе широко применяемого метода потенциометрии. Для осуществления этого метода раз-

работано много типов специальных химических электродов, обладающих свойством избирательно менять величину электрического потенциала при изменении концентрации в растворе только определённых ионов, например, таких как H^+ , Na^+ , K^+ , NH_4^+ , NO_3^- , Cl^- , Br^- , I^- , OH^- , Ba^{+2} , Ca^{+2} и т. д.

Математически величина электродного потенциала (E) выражается уравнением Нернста:

$$E = E_0 + \frac{R \cdot T}{Z \cdot F} \cdot \ln C \quad (\text{или для концентрированных растворов } \ln a) \quad (1),$$

где:

E_0 - стандартный (нормальный) потенциал электрода при концентрации определенных ионов $1 \frac{\text{моль} - \text{экв}}{\text{л}}$ и активности $a = 1$, измеренных по отношению к нормальному потенциалу водородного электрода, условно принятому равным нулю. E_0 - для многих электродов можно найти в физико-химических справочниках.

R - универсальная газовая постоянная $-8.3 \frac{\text{Дж}}{\text{град} \cdot \text{моль}}$ или $1,99 \frac{\text{кал}}{\text{град} \cdot \text{моль}}$;

T - абсолютная температура, ° К;

Z - заряд иона;

F - постоянная Фарадея $964,91 \frac{\text{КУЛОН}}{\text{ЭКВ}}$;

C и a - концентрация и активность ионов, находящихся в равновесии с поверхностью электродов.

Активность ионов и их концентрация связаны соотношением: $a = f \cdot C$, где f - коэффициент активности, который показывает, какая часть растворённого электролита в растворе находится в виде ионов. В разбавленных растворах, то есть при концентрациях порядка 10^{-3} моль/л, активность равна концентрации ($a = C$), так как здесь $f=1$. В растворах с концентрациями большими чем 10^{-1} моль/л коэффициент активности может иметь значение от 0,8 до 0,5. Конкретное значение f для конкретного вещества можно найти в химических справочниках.

Молярную концентрацию ионов в растворе для краткости записи вместо обычной показательной функции (например, $C = 10^{-5}$ моль/л) принято выражать в виде десятичного логарифма с обратным знаком ($-\lg C$). Этот отрицательный десятичный логарифм активности (концентрации) иона называют ионным показателем и обозначают как рН, рNa, рК, рCl, рNO₃, рCl, если речь идёт об ионах H^+ , Na^+ , K^+ , NO_3^- , Cl^- , то есть рН = $-\lg a_{H^+}$ - водородный показатель, рNa = $-\lg a_{Na^+}$ - натриевый показатель и т. д.

Для разбавленных растворов запись имеет вид: $pH = - \lg [H^+]$, где $[H^+]$ -молярная концентрация ионов H^+ в растворе. Например, если $[H^+]=10^{-5}$ моль/л, то $pH = 5$.

Подставив численные значения обозначений и учтя коэффициент 2,3 (возникающий при переходе от натуральных логарифмов к десятичным), уравнение Нернста принимает вид:

$$E = E_0 - 58 \text{ pH} \quad (2)$$

Из уравнения (2) видно, что теоретический график зависимости потенциала электрода от pH (или, что то же самое, электродная функция) представляет собой прямую линию с угловым коэффициентом 58 мВ/pH. На практике крутизна электродной функции конкретного электрода может несколько отличается от теоретически рассчитанной величины. Если это отличие большое, то электрод необходимо заменить, так как он непригоден для измерения активности ионов.

Лабораторная работа 8.

Потенциометрическое определение титруемой кислотности окрашенных плодово-ягодных соков

По кислотности соков оценивают пригодность исходных плодов для приготовления из них напитков, повидла, джемов, конфитюров и других консервированных продуктов. Кислотность светлых (прозрачных) соков определяют прямым титрованием определённого объёма сока стандартизированным раствором щелочи в присутствии фенолфталеина или бромтимолового синего. Титрование с последним проводят до изменения жёлтой окраски (в кислой среде). Фенолфталеин меняет окраску при таком титровании от бесцветной до малиновой при $pH=8$. Однако, применение индикаторов при титровании окрашенных соков может оказаться неэффективным. В этом случае является рациональным применение потенциометрического титрования.

Цель работы: Научиться определять количество кислот в плодах и ягодах потенциометрическим титрованием.

Оборудование:

	шт.
1. Лабораторный иономер;	1
2. Измерительный электрод и электрод сравнения;	1
3. Бюретка на 25 мл;	1
4. Пипетка на 10 мл;	1
5. Пипетка на 20 мл;	1
6. Химический стаканчик на 50 мл;	1
7. Ступка с пестиком;	1
8. Кристаллизатор на 1 л;	1
9. Химический стакан на 200 мл;	1

10. Мелкоячеистое ситечко;	1
11. Термометр со шкалой до 50 °С;	1
12. Бумажные салфетки;	6

Реактивы:

1. Стандартизированный раствор 0,1н NaOH	100мл
--	-------

Задание: Определить титруемую кислотность сока чёрной смородины.

Выполнения работы

1. В начале работы включают в электрическую сеть иономер для 30 минутного прогрева. Если используется наиболее распространённый иономер ЭВ-74, то при включении на прогрев нажимаются кнопки « t^0 » и «1 - 19». На задней стенке прибора переключатель «термокомпенсатор» ставят в положение «ручн». Перед измерением устанавливают температуру раствора. Для этого нажимают кнопку одного из диапазонов измерения рХ кроме «1-19», нажимают кнопку « t^0 » и ручкой «температура раствора» устанавливают стрелку показывающего прибора на значения по шкале 0-100, соответствующее измеренной термометром температуре раствора.

2. С помощью ступки и пестика или других средств размельчают около 100 г ягод. Используя мелкое сито отделяют сок от измельчённой массы. Отстоявшийся сок в объёме 20 мл с помощью мерных пипеток переносят в химический стакан на 50 мл, в котором и проводят потенциометрическое титрование 0,1 н раствором щёлочи.

3. В исследуемую порцию сока вносят обмытый обычной дистиллированной водой закрытый полиэтиленом магнитик. Затем ставят на магнитную мешалку и осторожно погружают в него индикаторный электрод (стеклянный) и электрод сравнения (хлорсеребряный или насыщенный каломельный - н. к. э.), и закрепляют их так, чтобы они не касались дна или стенок стаканчика. Заполняют чистую бюретку (на 25 мл) стандартизированным раствором NaOH до нулевого деления. Нижний конец бюретки опускают в стаканчик с соком и электродами, но так, чтобы он не касался поверхности раствора.

4. Измерение рН проводят следующим образом. После того как установка собрана:

а) Нажимают кнопки «рХ» и «анионы/катионы»

б) Нажимают кнопку «1-19» и по шкале прибора от 1 до 19 определяют ориентировочное значение рН сока.

В соответствии с этим показанием нажимают кнопку «узкого диапазона» рХ и записывают уточнённое значение рН по верхней шкале. При этом начало шкалы соответствует началу выбранного диапазона рХ.

5. После первого измерения рН, в стаканчик с соком приливают 1 мл 0,1н NaOH и опять измеряют рН раствора. Затем снова приливают 1 мл 0,1н NaOH и снова измеряют рН раствора. И повторяют этот процесс до возникновения резкого скачка рН. После этого делают ещё одно добавле-

ние 1 мл 0,1н NaOH и измерение pH. Результаты измерений заносят в таблицу:

Порядок измерений	1	2	3	4	5	6	7	8
pH								
Общий V _{мл} NaOH								

По результатам измерений строят кривую титрования:

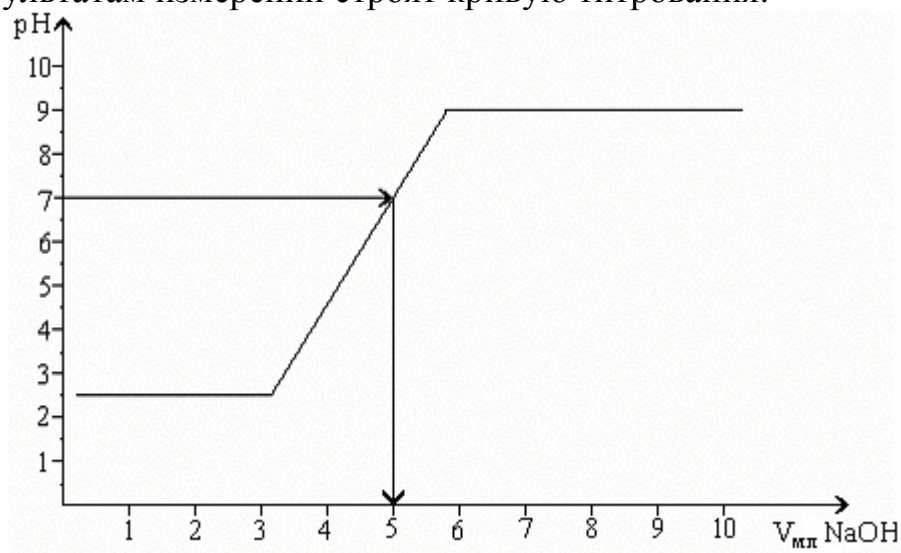


Рисунок 1 – Кривая потенциометрического титрования

5. По построенному графику определяют точку эквивалентности, то есть $V_{\text{э}} \text{ NaOH}$, то есть объём 0,1н раствора NaOH, пошедший на нейтрализацию кислоты в соке, до pH=7.

Для плодов и ягод титруемая кислотность (Н) выражают в граммах на 1 литр соков в пересчёте на яблочную кислоту.

Формула для расчета:

$$H = \frac{K \cdot V_{\text{э}} \cdot 100}{V_{\text{с}}} = 0,339 \cdot V_{\text{э}}, \text{ где:}$$

$V_{\text{э}}$ - объём 0,1н NaOH, пошедший на титрование, мл;

K - количество кислоты в граммах, соответствующее 1 мл 0,1н NaOH (для яблочной кислоты $K = 0,0067$); 1000 - коэффициент пересчёта результатов измерений на 1 литр сока; $V_{\text{с}}$ - объём сока, взятого для анализа, мл.

Лабораторная работа 9.

Прямое потенциометрическое определение нитратов

Цель работы: Научиться определять содержание нитратов в товарной продукции сельскохозяйственного производства.

<u>Оборудование:</u>	шт.
1. Лабораторный иономер ЭВ-74	1
2. Измерительный нитрат-селективный электрод	1
3. Хлорсеребряный электрод сравнения	1
4. Магнитная мешалка	1
5. Весы лабораторные	1
6. Мерные колбы на 50 мл	5
7. Бюретка на 25 мл закреплённая в штативе	1
8. Химические стаканчики	2
9. Пипетки измерительные на 5 мл	5
10. Ступка и пестик	1
11. Салфетки из фильтровальной бумаги	5

Реактивы:

- 1) Сульфат калия, 0,1 М раствор
100 мл.
- 2) Стандартный раствор нитрата калия с концентрацией 0,1 М
50 мл.

Порядок выполнения работы

1. Подсоединяют к иономеру необходимые электроды, закрепляют их с помощью подставки в измерительном химическом стаканчике, установленном на магнитной мешалке и подключают иономер в электрическую сеть. Кнопку «анионы/катионы» и кнопку « X^I/X^{II} » оставляют в отжатом состоянии, так как предстоит определять активность одновалентных анионов.

Нажимают кнопки « t° » и «-1 ÷ 19» и прогревают прибор 30 мин.

2. Приготавливают стандартные растворы KNO_3 с концентрациями $1 \cdot 10^{-2}$; $1 \cdot 10^{-3}$; $1 \cdot 10^{-4}$; $1 \cdot 10^{-5}$ М.

Для приготовления раствора с концентрацией $1 \cdot 10^{-2}$ М KNO_3 с помощью мерной пипетки отбирают 5 мл раствора KNO_3 с концентрацией 0,1 М и переносят его в свободную мерную колбу на 50 мл, и в неё же добавляют 5 мл 0,1 раствора K_2SO_4 и доводят объём смеси дистиллированной водой до метки. Из приготовленного $1 \cdot 10^{-2}$ М раствора аналогичным образом готовят 50 мл $1 \cdot 10^{-3}$ М раствора, а из него готовят раствор с концентрацией $1 \cdot 10^{-4}$ М, и последним готовят $1 \cdot 10^{-5}$ М раствор KNO_3 . То есть

каждый последующий раствор готовят разбавлением 5 мл предыдущего при добавлении по 5 мл 0,1 М K_2SO_4 .

3. Измеряют потенциалы измерительного нитрат-селективного электрода, соответствующие приготовленным стандартным растворам KNO_3 . Измерения начинают с наиболее разбавленного раствора. Стандартные растворы объёмом по 20 мл вместе с электродами и термометром последовательно помещают в измерительный стаканчик, так чтобы электроды были погружены в раствор и не касались стенок стаканчика.

Перед проведением измерений проводят ручную термокомпенсацию растворов. Для этого нажимают кнопку одного из диапазонов измерений рХ, кроме «-1 ÷ 19», затем нажимают кнопку «t°» и ручкой «Температура раствора» устанавливают стрелку прибора на значение по шкале 0-100, соответствующее измеренной температуре раствора. Далее нажимают кнопку «mV» и после достижения устойчивого значения потенциала нитрат-селективного электрода (обычно в течении 3-5 минут) делают отсчёт показаний Е. Отсчёт снимают по верхней шкале прибора, умножая показания на 100. После каждого измерения измерительный стаканчик и электроды промывают дистиллированной водой и протирают досуха фильтровальной бумагой.

Результаты измерений вносят в таблицу:

Потенциалы, соответствующие стандартным растворам KNO_3 .

Порядок измерений.	1	2	3	4	5
$[NO_3^-]$	$1 \cdot 10^{-1}$	$1 \cdot 10^{-2}$	$1 \cdot 10^{-3}$	$1 \cdot 10^{-4}$	$1 \cdot 10^{-5}$
pNO ₃	1	2	3	4	5
Е, мВ					

По полученным данным строят градуировочный график в координатах E - pNO₃.

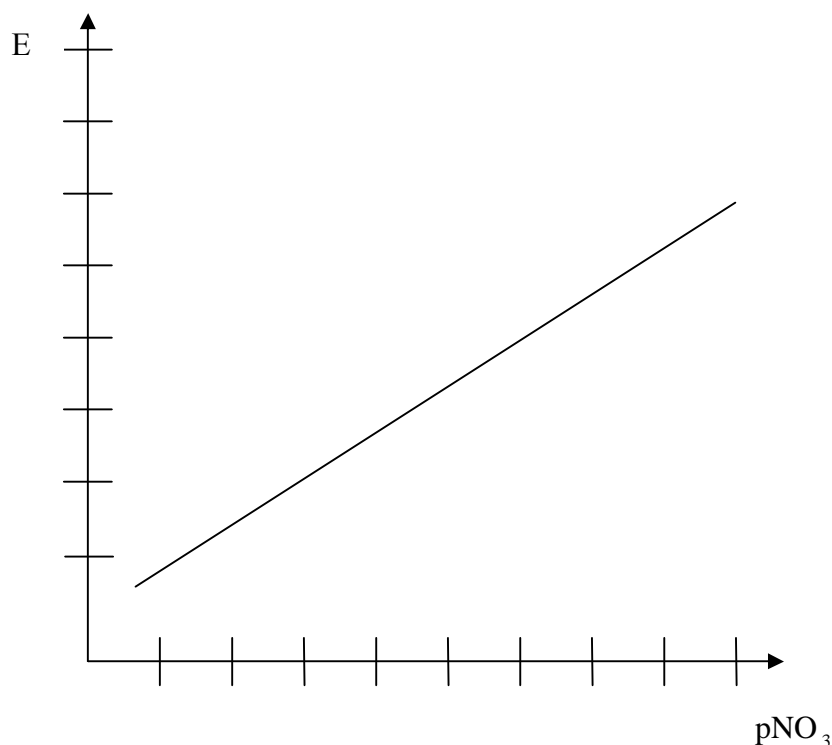


Рисунок 1 – Калибровочный график лабораторного тонометра.

4. Задача определить содержание нитратона (NO_3^-) в корнеплодах (картофеля, свеклы, моркови и др. культур).

Отобранные для анализа корнеплоды мелко нарезают. Затем с помощью весов отбирают среднюю пробу нарезанных корнеплодов массой 10 г. Эту пробу измельчают до гомогенного состояния (например, в ступке) и количественно переносят в мерную колбу на 100 мл, добавляют в неё 10 мл 0,1 М раствора K_2SO_4 , доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают. После отстаивания полученным раствором заполняют сухой химический стаканчик, погружают в него омытые и осушенные электроды и проводят измерения E_x также как проводили со стандартными растворами. Измерения повторяют. Из 2-3 сходящихся измерений вычисляют среднее значение E_x ср. По градуированному графику определяют pNO₃ и делают расчет содержания NO_3^- в исследуемом образце.

$$p\text{NO}_3 = -\lg [\text{NO}_3^-] \text{ потенцируем}$$

$$[\text{NO}_3^-] = 10^{-p\text{NO}_3} - \text{моль/л}$$

Содержание нитрат ионов в мг на 1кг корнеплодов можно рассчитать по формуле:

$$A = \frac{[\text{NO}_3^-] \cdot 62 \cdot 0,1 \cdot 1000 \cdot 1000}{m} \text{ мг/кг};$$

62 – молярная масса нитрат-иона;

m – масса навески, г;

0,1 – объём раствора полученного при экстрагировании навески m , л;

1000 – коэффициент перевода г в мг;

1000 – коэффициент перевода г в кг;

Радиометрия.

Краткие теоретические сведения

В продовольственных и промышленных товарах в той или иной мере могут содержаться изотопы, ядра которых обладают способностью самопроизвольно распадаться и испускать при этом α - или β - частицы и электромагнитное (γ - гамма) излучение. Распространение технологий, основанных на использовании радиоактивности, таких как изготовление и испытание атомного оружия, строительство и функционирование атомных электростанций, создание и использование специальной техники, а также техногенные катастрофы в последние пятьдесят лет вызвали усиленную миграцию радиоактивных изотопов во всех сферах земного шара. Включаясь в цикл круговорота веществ в природе радиоактивные вещества входят и до организма человека.

Поэтому одним из показателей качества продовольственных и промышленных товаров является уровень содержания в них радиоактивных изотопов.

Продукты ядерного деления, загрязняя пищевые продукты, могут стать источниками внутреннего облучения человека. Здесь в облучении участвуют все виды радиации. При этом наибольшая плотность облучения тканей получается от α - и β - частиц. При изучении миграции радиоактивных продуктов большое внимание уделяется поведению таких изотопов как стронций – 90, цезий – 137, йод – 131. Основными источниками поступления радионуклидов в организм человека являются молоко и молочные продукты. Кроме этого через овощи и злаки в организм человека может попадать до 40 – 60% стронция – 90 и цезия – 137. Установленная доля ингаляционного пути их поступления очень мала. Считается, что продукты из водоёмов меньше загрязнены радионуклидами, чем продукты, произведённые на суше. Поэтому морские продукты как источники радиоактивности в рационе имеют второстепенное значение. При прочих равных условиях в объектах биосферы, загрязнённых радионуклидами, максимальная концентрация стронция – 90 всегда обнаруживается в органах и тканях физиологически богатых кальцием, например: в зерне бобовых культур, в костях животных организмов, яичной скорлупе, а максимальная концентрация цезия – 137 в объектах, богатых калием: в корнеплодах свеклы, мышцах животных.

Облучение может быть также внешним и смешанным. Внешнее облучение происходит от источников радиоактивности, удалённых от объекта. При таком облучении обычно действуют g -кванты. Они способны распространяться на значительные расстояния и обладают большей проникающей способностью.

Все виды излучений при взаимодействии с живой тканью вызывают ионизацию и разрыв связей молекул, макромолекул и субклеточных структур клеток. В результате в них образуются новые, вредные для живых тканей химические соединения, которые нарушают физиологические и биохимические процессы, повреждают ядра и цитоплазму клеток. От радиационных воздействий возможна их гибель. Уровень радиационных нарушений и биохимических изменений зависит от вида, энергии и дозы поглощённого излучения. Для правильной оценки радиационного эффекта необходимо знать как количественную сторону процесса – величину поглощённой энергии, так и качественную сторону – распределение этой энергии в пространстве и во времени.

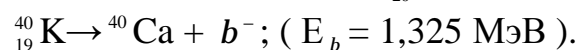
Для обеспечения радиационной безопасности важно измерение количества радиоактивных изотопов и определение их концентрации в различных объектах. Для этого создано множество типов радиохимических приборов.

Безопасными являются товары радиоактивность которых не превышает естественного фона.

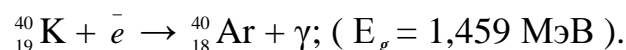
Помимо радиоактивных материалов, используемых в специальных технологиях в природе встречаются естественные радиоактивные изотопы, которые и обуславливают в окружающей природе естественный радиационный фон (^{40}K , ^{48}Ca , ^{87}Rb , ^{96}Zr , ^{138}La , ^{147}Sm , ^{176}La , ^3H , ^7Be , ^{10}Be , ^{14}C и др.). Основное значение имеет ^{40}K , он обуславливает наибольшую величину естественной радиоактивности объектов растительного и животного происхождения. Калий – 40 является одним из трёх изотопов калия, встречающихся в природе. Химический элемент калий в основном состоит из стабильных изотопов ^{39}K (93,08%) и ^{41}K (6,91%). Доля изотопа ^{40}K составляет 0,0119%. Период полураспада ^{40}K $T_{1/2} = 1,3 \cdot 10^9$ лет.

Изотоп ^{40}K распадается двумя путями:

1) 88,4% ^{40}K распадается по типу электронного распада с образованием стабильного изотопа $^{40}_{20}\text{Ca}$:



2) 11,6% ^{40}K путём e^- -захвата переходит в стабильный изотоп $^{40}_{18}\text{Ar}$ с испусканием γ -кванта:



Удельная активность природного калия составляет около 1900 распадов/мин·г; (≈ 2 расп/мин·мг). Зная весовые содержания общего калия в

исследуемых материалах, можно определить расчетным путём долю удельной активности, обусловленную ^{40}K .

С другой стороны путём относительных измерений радиоактивности ^{40}K можно определить содержание калия в исследуемых образцах объектов. Измерения радиоактивности ^{40}K различной концентрации с помощью малогабаритных радиометров позволяет продемонстрировать существование радиоактивности и возможность ее количественной оценки.

Лабораторная работа 10. **Оценка объёмной (удельной) активности радионуклидов** **в растворах**

Цель работы: Ознакомиться с методом относительной оценки радиоактивности растворов солей калия с помощью бытового дозиметра - радиометра.

<u>Оборудование:</u>	шт.
1. Дозиметр - радиометр бытовой АНРИ - 01-02 «Сосна».	1
2. Измерительная кювета	1
3. Химические стаканы на 100 мл	5
4. Мерный цилиндр на 50 мл	1
5. Салфетки из фильтровальной бумаги	5

Растворы:

1. Водные растворы KCl с концентрациями 5, 10, 20, 25 процентов, в объёмах по 50 мл каждой концентрации.

2. Раствор с неизвестной концентрацией KCl в объёме 50 мл.

Задание: Определить объёмную (удельную) радиоактивность раствора KCl неизвестной концентрации. По результатам измерений рассчитать процентное содержание ионов калия в растворе.

Выполнение работы

1. Проводят калибровку прибора дозиметра - радиометра по растворам с известной концентрацией KCl .

В начале измеряют радиоактивный фон от дистиллированной воды N_{ϕ} . Работу начинают с заполнения измерительной кюветы дистиллированной водой до указанного на кювете уровня. Открывают заднюю крышку прибора и устанавливают в него кювету. Устанавливают переключатель режима работы прибора в положение «Т», а другой переключатель в положение «Вкл».

Подготавливают секундомер или часы для фиксации времени измерения, затем включают секундомер и одновременно нажимают у прибора кнопку «Пуск». Через 1 минуту (+/- 3 с) нажимают кнопку «Стоп». Записывают показания прибора в графу N_{ϕ} . Измерения повторяют до 3-х раз.

Далее освобождают кювету от воды и заполняем её 5%-ным раствором КС1 до отметки «уровень». Устанавливают кювету в прибор и выполняют измерения аналогично измерениям радиоактивности дистиллированной воды. Также поступают и с другими растворами КС1. Результаты измерений заносят в таблицу (графы $N_{\phi} + n_{5\%}$; $N_{\phi} + n_{10\%}$; $N_{\phi} + n_{20\%}$). Затем вычисляют по всем графам средние значения, отнимают из них N_{ϕ} ср., и получают средние значения $n_{5\%}$; $n_{10\%}$; $n_{20\%}$; $n_{25\%}$.

По результатам найденных значений n рассчитывают удельную активность A растворов в Беккерель/литр.

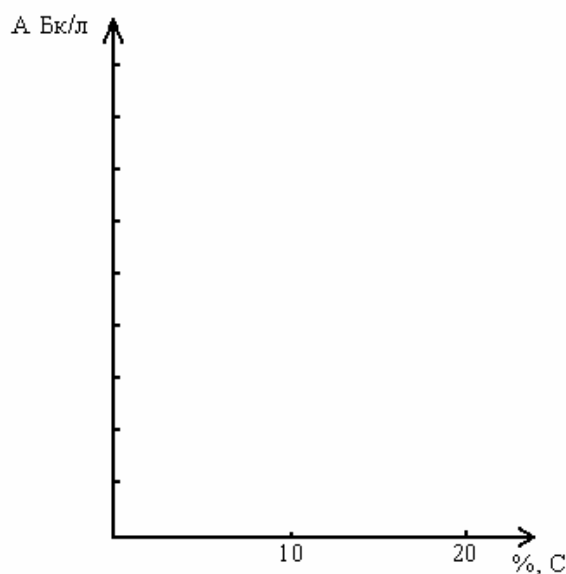
$$A = K_n \cdot (N_{\phi} + n - N_{\phi}) \text{ Бк/л, где}$$

$$K_n - \text{коэффициент прибора} = 3 \cdot 10^2 \frac{\text{Бк} \cdot \text{мин}}{\text{л} \cdot \text{импульс}};$$

Таблица 1

Порядок измерений	1	2	3	ср.	$n_{\%}$ ср.		A
N_{ϕ}							
$N_{\phi} + n_{5\%}$							
$N_{\phi} + n_{10\%}$							
$N_{\phi} + n_{20\%}$							
$N_{\phi} + n_{25\%}$							

По данным таблицы строят калибровочный график в координатах A - $C, \% \text{ КС1}$.



2. Определяют радиоактивность раствора с неизвестным содержанием ионов K^+ . Заполняют кювету раствором задачи и проводят с помощью

прибора измерения радиоактивности. Замеренное число импульсов заносят в таблицу 2.

Таблица 2

Порядок измерений	1	2	3	ср.	$n_{X\%}$ ср.	A_X
$N_\phi + n_{X\%}$						

По $n_{X\%}$ ср. рассчитывают A_X .

По калибровочному графику находят соответствующую A_X концентрацию - C_X .

По величине C_X КСІ находят $C_{\%K^+}$ исходя из соотношения:

$$C_{\%K^+} = \frac{C_{\%K^+} \cdot A_K}{M_{КСІ}} = C_{\% КСІ} \frac{39}{74,5}$$

Технический редактор – О.А. Прохорович

Отпечатано в типографии ФГОУ ВПО МичГАУ
Подписано в печать 31.05.05. г. Формат 60x84^{1/16},
Бумага офсетная № 1. Усл.печ.л. 2,7 Тираж 80 экз. Ризограф
Заказ №

Мичуринский государственный аграрный университет
393760, Тамбовская обл., г.Мичуринск, ул. Интернациональная, 101,
тел. +7 (07545) 5-26-35
E-mail: mgau@mich.ru

