

Міністерство освіти і науки України
Національна академія наук України
Національний центр «Мала академія наук України»

О. Л. Толстов
І. М. Бей

СПОСОБИ ВИЗНАЧЕННЯ ЯКОСТІ

H₂O

СУЧАСНІ МЕТОДИ ОЧИЩЕННЯ

ВОДА.
Від визначення
якості до сучасних
методів очищення

*Методичні вказівки
та робочий зошит
для проведення
практичних занять*

Київ
2017



Робочий зошит
для виконання дослідницьких робіт за темою
«Вода: від визначення якості до сучасних методів очищення»

Учня _____ класу

Навчального закладу _____

П.І.Б. _____

УДК 543.3:628.13:628.51

Укладачі: старший науковий співробітник Інституту хімії високомолекулярних сполук НАН України, кандидат хімічних наук **Олександр Леонідович Толстов**

науковий співробітник Інституту хімії високомолекулярних сполук НАН України, кандидат хімічних наук **Ірина Миколаївна Бей**

Рецензенти: старший викладач кафедри хімії факультету природничих наук Національного університету «Києво-Могилянська академія», кандидат хімічних наук **Олена Віталіївна Гресь**

старший науковий співробітник відділу фізичної хімії дисперсних мінералів Інституту біоколоїдної хімії ім. Ф.Д. Овчаренка НАН України, кандидат хімічних наук **Марина Валентинівна Маніло**

Вода: від визначення якості до сучасних методів очищення. Методичні вказівки та робочий зошит для проведення практичних занять / О.Л. Толстов, І.М. Бей. – К., 2017. - 44 с.

Методичні вказівки та робочий зошит призначено для проведення практичних занять за темою «Вода: від визначення якості до сучасних методів очищення».

Даний збірник містить теоретичні відомості та навчально-дослідні роботи для учнів загальноосвітніх навчальних закладів, в яких хімія є предметом поглибленого вивчення або викладається на академічному рівні. Матеріали практикуму можуть бути використані учнями при проведенні науково-дослідницьких робіт за шкільною програмою, при плануванні та виконанні дослідницьких проектів в межах робіт хімічних (хіміко-біологічних) секцій позашкільної освіти при загальноосвітніх, академічних установах, наукових центрах. При підготовці збірника були використані матеріали науково-освітнього журналу Американського хімічного товариства *Journal of Chemical Education* (www.pubs.acs.org).

В збірнику наведені лабораторні роботи з різних напрямів хімії. Видання адресовано учасникам Всеукраїнських наукових хіміко-біологічних шкіл Малої академії наук України.

ВСТУП

Методичний посібник розроблено для учнів загальноосвітніх навчальних закладів, в яких хімія є предметом поглибленого вивчення або викладається на академічному рівні.

Науково-дослідні роботи, представлені в посібнику, поєднують знання з різних розділів хімії, зокрема загальної та неорганічної хімії, органічної хімії, основ хімічного аналізу та хімічної технології. Учні отримають уявлення про методи аналізу якості питної води та способи очищення природних та стічних вод від забруднювачів різної природи з використанням сучасних технологій. При виконанні експериментальних робіт учні ознайомляться з основами кількісного хімічного аналізу, методами синтезу неорганічних наночастинок різного функціонального призначення, каталізу, а також застосуванням таких актуальних напрямів сучасної хімії, як фотохімія і нанотехнології, для вирішення проблем очищення води, охорони та збереження водних ресурсів.

В процесі виконання науково-дослідних робіт учні отримають знання та навички з виконання практичних досліджень, правил проведення експерименту в хімічній лабораторії. Для свідомого виконання лабораторних робіт, наведених в посібнику, учням необхідно мати та вміти застосовувати знання з різних розділів шкільної програми, що стосуються властивостей хімічних елементів та основних класів хімічних сполук, особливостей різних видів хімічного зв'язку та перебігу хімічних реакцій, а також ознайомитися з теоретичним матеріалом, наведеним на початку дослідницьких робіт з даного збірника.

Науково-дослідницькі роботи в збірнику складаються з:

1. теми роботи;
2. теоретичної частини, що включає базові знання з даної теми;
3. опису роботи, що містить перелік обладнання та реагентів, послідовність виконання операцій, ретельне проведення яких забезпечує успішне виконання експерименту та його безпечність;
4. заключну частину, де виконавці записують послідовність дій, свої спостереження, висновки, проводять необхідні розрахунки. Також містить блок контрольних запитань, на які необхідно дати відповіді після проведення експерименту.

ХІМІЧНІ РЕАКТИВИ І ПРАВИЛА РОБОТИ З НИМИ

Хімічними реактивами називають речовини, які використовують для проведення хімічних реакцій, застосовують для аналізу і синтезу речовин.

В залежності від ступеня чистоти хімічні реактиви класифікують на технічні («тех.»), чисті («ч.»), чисті для аналізу («ч.д.а.»), хімічно чисті («х.ч.»), особливо чисті («ос.ч.»). Чистота хімічних реактивів та кількість домішок регламентується Державними стандартами (ДСТ) та технічними умовами (ТУ) їх одержання. Для більшості хімічних експериментів використовують реактиви кваліфікації «ч.», «ч.д.а.» або «х.ч.».

При роботі з хімічними реактивами необхідно дотримуватись наступних правил:

- реактиви зберігають у закритих кришками склянках для запобігання їх забруднення;
- для проведення досліду розчини та тверді речовини беруть у таких кількостях, яких вимагає методика експерименту;
- тверді реактиви обережно відбирають шпателем; розчини або реактиви, що знаходяться у рідкому стані – піпетками або крапельними дозаторами;
- надлишок реактиву не висипають і не виливають у посуд, з якого він був взятий, щоб запобігти забрудненню реактивів;
- концентровані розчини кислот та лугів, токсичних речовин знаходяться в витяжній шафі, де з ними і працюють.

При роботі в хімічній лабораторії необхідно дотримуватися певних правил і вимог техніки безпеки.

ПРАВИЛА РОБОТИ І ТЕХНІКА БЕЗПЕКИ В ЛАБОРАТОРІЇ

Загальні положення

1. В хімічній лабораторії *категорично забороняється вживати їжу та напої.*
2. Перед початком роботи необхідно перевірити справність лабораторного обладнання та допоміжних приладів, цілісність хімічного посуду, наявність засобів індивідуального захисту. *Категорично забороняється працювати з несправним обладнанням.*
3. Перед початком кожного заняття в лабораторії необхідно зрозуміти мету роботи, ознайомитися з її теоретичним обґрунтуванням та порядком проведення. Приступати до виконання практичної роботи можна лише після дозволу викладача.
4. Під час роботи в лабораторії необхідно підтримувати чистоту і порядок на робочому місці, а також дотримуватись правил техніки безпеки. Безладдя та неакуратність при виконанні хімічних операцій часто призводять до нещасних випадків, пошкодження обладнання, реактивів та одягу, необхідності повторення експерименту.
5. Робота повинна бути організована таким чином, щоб при виконанні тривалих хімічних операцій, одночасно можна було б виконувати й іншу супутню роботу, яка передбачена порядком проведення експерименту.

6. Основні правила роботи в хімічній лабораторії:

6.1. Хімічні реактиви, дистильовану воду, газ, електричну енергію в лабораторії слід використовувати економно.

6.2. При використанні обладнання слід дотримуватись відповідних інструкції з експлуатації.

6.3. При роботі зі скляним хімічним посудом та обладнанням слід бути обережними і не застосовувати надмірної сили.

6.4. Не можна нагрівати пробірки з розчинами реагуючих речовин безпосередньо на відкритому полум'ї пальника, щоб запобігти розбризкуванню рідини, що може призвести до нещасних випадків та втрати досліджуваного розчину. Пробірки необхідно нагрівати на водяній бані, направляючи отвори в сторону від себе та інших працюючих. Не можна дивитись зверху в пробірку з рідиною, яку нагрівають.

6.5. У тих випадках, коли виникає необхідність перевірити запах речовин у пробірках чи склянках, в яких зберігаються рідини, необхідно легким рухом долоні руки направити потік повітря від посуду з реактивом до себе і обережно понюхати.

6.6. Всі роботи з речовинами, при взаємодії яких утворюються шкідливі для організму газу, речовини з неприємним запахом, необхідно проводити в витяжній шафі. *Категорично забороняється працювати з вказаними речовинами на робочому місці.*

6.7. Відпрацьовані розчини кислот, лугів тощо необхідно зливати в спеціально призначений посуд. Розчини, які містять сполуки срібла, ртуті, церію, свинцю необхідно зливати в окремий посуд для їх подальшої регенерації.

6.8. Необхідно пам'ятати, що більшість реакцій відбувається лише при створенні відповідних умов. Тому реактив слід додавати лише в спеціально підготовлений досліджуваний розчин (створене необхідне середовище, досягнута потрібна температура тощо). Якщо реакція перебігає в кислому або лужному середовищі, то не слід додавати неконтрольований об'єм розчину кислоти або лугу до досліджуваного розчину. Рідину необхідно ретельно перемішати і краплями додавати розчин кислоти або лугу, кожного разу перемішуючи суміш скляною паличкою та контролюючи рН середовища, торкаючись цією паличкою індикаторного папірця.

6.9. Якщо необхідно перевірити можливість утворення осаду, то до пробірки вносять 2-3 краплі розчину, що аналізують, та 2-3 краплі реактиву.

6.10. Для забезпечення повноти осадження, після додавання реактиву і утворення осаду, необхідно перевіряти повноту осадження в окремій порції фільтрату. Якщо в контрольній пробі все ще спостерігається утворення осаду, осаджувач додають до основного реакційного середовища вводять додаткову порцію осаджувача. При повному осадженні контрольна проба фільтрату не повинна давати позитивну реакцію з осаджувачем.

6.11. Як правило, осаджування проводять при нагріванні, що забезпечує утворення крупнозернистого осаду, який легко відокремлюється від розчину.

7. Робота з кислотами і лугами

7.1. Під час роботи з концентрованими кислотами та лугами необхідно бути обережним та слідкувати за тим, щоб вони не потрапили в очі, на шкіру і одяг.

7.2. При розведенні концентрованої сульфатної кислоти необхідно *обережно маленькими порціями приливати кислоту до води, а не навпаки*. Це пов'язано з тим, що при розведенні сульфатної кислоти виділяється велика кількість тепла, розчин може закипіти, почати розбризкуватись і завдати шкоди.

7.3. При переливанні великих об'ємів концентрованих кислот та лугів необхідно:

- одягнути гумові рукавички, фартух і захисні окуляри;
- балони з рідинами, що вставлені в корзини, помістити на підставку, а потім поволі нахилити і переливати крізь лійку в добре вимиті та висушені склянки;
- необхідні об'єми розчинів кислот та лугів слід відміряти піпеткою з використанням гумового балончику (груші);
- тверді луги та кислоти необхідно набирати за допомогою шпателя; при їх подрібненні очі слід захищати спеціальними окулярами.

8. Робота зі шкідливими і отруйними речовинами

8.1. При роботі зі шкідливими і отруйними речовинами (ціаніди, солі барію, ртуті, свинцю, арсенію, купруму, металічна ртуть тощо) необхідно слідкувати за тим, щоб шкідливі або отруйні речовини не потрапили в організм (через шкіру, дихальні шляхи, шлунково-кишковий тракт).

8.2. Після роботи з такими речовинами необхідно добре вимити руки.

8.3. Заповнені ртуттю прилади необхідно розміщувати на спеціальні підставки-піддони, щоб у випадку пошкодження приладів основна маса ртуті потрапила на підставку, а не на робочий стіл чи підлогу. Якщо ртуть розлилась, її треба швидко та обережно зібрати механічним способом, за допомогою мідного дроту або пластинки, а потім засипати сіркою або залити розчином FeCl_3 .

9. Робота з горючими та легкозаймистими речовинами

9.1. В лабораторії, в якій проводяться роботи з горючими та легкозаймистими речовинами забороняється використання відкритого полум'я. Горючі, легкозаймісті і леткі речовини не можна зберігати близько від джерел полум'я або сильно нагрітих електричних приладів (термостати, електричні печі, тощо). У лабораторії ці речовини необхідно зберігати в щільно закритих склянках невеликого об'єму.

9.2. Під час роботи з діетиловим етером, спиртами, бенzenом та іншими легкозаймистими речовинами, їх нагрівання проводять у витяжній шафі на водяній бані в колбі з зворотним холодильником.

9.3. Лугні метали спалахують при контакті з водою. Тому їх слід обов'язково зберігати під шаром вільного від води і вологи гасу або спеціальної олії. Під час роботи з металічними натрієм або калієм необхідно уникати їх контакту з водою. Після закінчення роботи залишки цих металів потрібно перенести в спеціально призначені для цього склянки.

10. Робота з речовинами, що утворюють вибухові суміші

10.1. Необхідно пам'ятати, що деякі гази (гідроген, карбон (IV) сульфід, етин, карбон (II) оксид тощо), а також леткі речовини (бензен, спирти, гексан та інші), при випаровуванні утворюють з повітрям (киснем) вибухові суміші. Для запобігання накопичення парів вибухонебезпечних речовин у приміщенні лабораторії працювати з ними необхідно при увімкненій витяжній вентиляції.

10.2. Забороняється нагрівати, піддавати удару або зберігати з іншими речовини, які утворюють вибухові суміші (хлорати, перхлорати, персульфати та інші окисники).

11. Ліквідація осередків займання в лабораторії

При виникненні пожежі в лабораторії необхідно негайно вимкнути всі електричні прилади і перекрити подачу газу. Місце пожежі необхідно засипати піском або накрити протипожежною ковдрою і загасити вогонь за допомогою вогнегасника. Застосовувати воду для гасіння пожежі в лабораторії треба обережно, тому що вода в деяких випадках сприяє збільшенню пожежі.

ПЕРША ДОПОМОГА ПРИ НЕЩАСНИХ ВИПАДКАХ

Необхідно зазначити, що суворе дотримання інструкцій з охорони праці та правил техніки безпеки в хімічній лабораторії, а також обережне поводження з хімічними реактивами, посудом та обладнанням дозволяє попередити нещасні випадки (опіки, поранення, отруєння тощо).

Якщо нещасний випадок все ж трапився, потерпілому необхідно надати першу допомогу:

1. При потраплянні на шкіру кислот, пошкоджене місце слід інтенсивно промити чистою холодною водою, а потім обробити 1 % розчином харчової соди, NaHCO_3 , для нейтралізації залишків кислоти.

2. При потраплянні на шкіру розчинів лугів пошкоджене місце промивають чистою холодною водою, а потім розбавленими розчинами оцтової або лимонної кислоти, або насиченим розчином борної кислоти.

3. При потраплянні на шкіру фенолу, бромю і подібних їм агресивних речовин необхідно негайно промити пошкоджене місце відповідними органічними розчинниками (спирт, ефір тощо).

4. При отруєнні хлором, бромом, оксидами нітрогену потерпілому необхідно дати вдихати пари розведеного розчину амоніаку і випити молоко.

5. При термічних опіках шкіри на пошкоджену ділянку необхідно накласти стерильну пов'язку і доправити потерпілого до лікарні.

6. При порізах необхідно обережно промити рану 3 % водним розчином перекису водню (або обробити шкіру навколо рани спиртовим розчином йоду) і накласти стерильну пов'язку.

7. За необхідності після надання першої допомоги потерпілому, його доправляють до лікарні.

Розділ I

ДОСЛІДЖЕННЯ ЯКОСТІ ПИТНОЇ ВОДИ

Воду справедливо можна вважати однією з найважливіших хімічних сполук на Землі. В першу чергу, без води життя на нашій планеті, в тому вигляді, яким ми його знаємо, просто не змогло б існувати. Адже вода є незамінним компонентом всіх без виключення живих клітин, а для багатьох живих організмів є ще й середовищем існування. Крім того, в певному сенсі, вода забезпечує життєтійальність не лише окремих живих організмів, а й всієї нашої планети загалом, оскільки клімат на Землі безпосередньо залежить від кругообігу води в природі. Не менш важливою роллю води як природного ресурсу, з точки зору існування та розвитку людства, є забезпечення господарської та промислової діяльності людей.



Людство використовує воду в промисловості, сільському і комунальному господарстві як сировину, реагент, середовище для різноманітних технологічних процесів, джерело енергії тощо. Для забезпечення максимальної ефективності використання, в залежності від призначення та сфери її застосування, вода має відповідати певним вимогам – своєрідному переліку кількісних та якісних показників. В окремих випадках, як, наприклад, для питної води – води, яку людина використовує для безпосереднього вживання або приготування їжі, ці показники жорстко регламентується державою. В Україні якість питної води визначається Державними санітарними нормами та правилами "Гігієнічні вимоги до води питної, призначеної для споживання людиною" (ДСанПіН 2.2.4-171-10). Ці норми містять широкий перелік показників за епідемічною безпекою (відсутність окремих мікроорганізмів та паразитів), санітарно-хімічні показники безпечності та якості (органолептичні властивості, вміст окремих хімічних елементів та сполук), токсикологічної (максимально допустимий вміст/відсутність отруйних речовин) та радіаційної безпеки.

Практичні роботи, що містяться в даному розділі, познайомлять вас з методиками хімічного аналізу якості питної води на прикладі визначення основних показників – жорсткості водопровідної води та вмісту Кальцію, Магнію та Феруму в ній.

Практична робота №1

ВИЗНАЧЕННЯ ЗАГАЛЬНОЇ ЖОРСТКОСТІ ВОДИ ТА ВМІСТУ ІОНІВ КАЛЬЦІЮ ТА МАГНІЮ У ВОДІ ЗА ДОПОМОГОЮ КОМПЛЕКСОНОМЕТРИЧНОГО ТИТРУВАННЯ

В природі не існує абсолютно чистої, з хімічної точки зору, води. Вода, будь-якого природного походження, містить у своєму складі розчинні солі та/або гази (азот, кисень тощо). Присутність у воді катіонів Ca^{2+} і Mg^{2+} зумовлює одну з найбільших проблем якості води і робить її непридатною не лише для безпосереднього вживання людиною, але й майже для всіх галузей промисловості і сфер господарювання. Воду з високим вмістом катіонів Кальцію та Магнію називають **жорсткою** (відповідно, воду, в якій концентрації цих катіонів незначні – **м'якою**). Розрізняють **тимчасову**, або карбонатну (якщо Кальцій та Магній знаходяться у воді у вигляді кислих карбонатних солей – $\text{Ca}(\text{HCO}_3)_2$ і $\text{Mg}(\text{HCO}_3)_2$) і **постійну** жорсткість води (в цьому випадку жорсткість зумовлюється наявністю сульфатів і хлоридів Кальцію і Магнію). Тимчасову жорсткість можна відносно легко усунути шляхом кип'ятіння. Саме відносна легкість усунення цього виду



жорсткості і зумовила її назву. Постійну жорсткість усунути шляхом кип'ятіння неможливо, вирішення цієї проблеми потребує використання спеціальних реагентів і операцій, саме тому жорсткість, зумовлена солями хлоридів і сульфатів Кальцію та Магнію має назву постійної жорсткості.

В такій воді мило (і більшість інших пральних засобів) втрачає свою мийну здатність через утворення катіонами Кальцію та Магнію нерозчинних сполук з аніонами жирних кислот (наприклад стеаринової кислоти), які у вигляді солей лужних металів є одними з основних складових мийних засобів. Отже таку воду не можна використовувати для прання як у побуті, так і у пов'язаних з цим процесом галузях промисловості (фарбування тканин, миття шерсті тощо).

Вода з високим вмістом Ca^{2+} і Mg^{2+} не може використовуватись і як теплоносій в системах нагріву та опалення, оскільки при високих



температурах (кип'ятінні) утворює так званий накип, який знижує ефективність тепловіддачі, що призводить до зростання енерговитрат, пошкоджує стінки котлів і нагрівальні поверхні, що може бути причиною аварій на тепломережах та поломки побутової техніки (електрочайники, пральні машини).

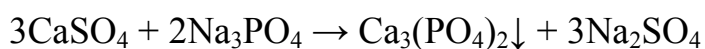
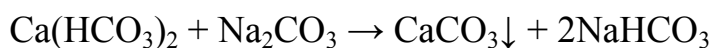
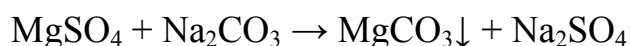
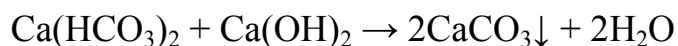
Жорстку воду не рекомендується пити, оскільки постійне її вживання через накопичення зайвих солей в організмі людини може стати причиною проблем з опорно-руховим апаратом, сечокам'яної хвороби, порушення функцій жовчних протоків. Таку воду не використовують і для приготування їжі, оскільки в ній не розварюються м'ясо та овочі.

Відповідно до Державних санітарних норм і правил, які регламентують показники якості питної води в Україні, загальна жорсткість (кількість ммоль еквівалентів катіонів Ca^{2+} і Mg^{2+} в 1 л води) питної води з водогону і бюветів не повинна перевищувати 7 ммоль/л, для води з колодязів – 10 ммоль/л.

Для усунення або зменшення жорсткості води необхідно видалити з неї іони Ca^{2+} і Mg^{2+} . Тимчасову жорсткість води можна усунути шляхом нагрівання (кип'ятіння) води, внаслідок чого катіони Кальцію та Магнію виводяться з води у вигляді нерозчинних карбонатів (цей процес є причиною утворення накипу):



Для усунення постійної жорсткості використовують спеціальні реагенти – натрій карбонат (*кальцинована сода*), кальцій гідроксид (*вапняна вода*), натрій ортофосфат. При цьому усувається як тимчасова, так і постійна, а отже загальна жорсткість води:



В сучасних системах зменшення жорсткості води і загальної демінералізації використовуються іонообмінні смоли. Іоннообмінні смоли – тверді, нерозчинні у воді, дрібнодисперсні речовини, на поверхні часточок (гранул) яких знаходяться рухомі іони, здатні заміщуватись на розчинені у воді іони відповідної природи. Відповідно до типу іонів, якими смола «обмінюється» з розчином, розрізняють катіонообмінні (катіоніти) та аніонообмінні (аніоніти) смоли.

Частина 1. Визначення загальної жорсткості води

Посуд і обладнання:

Бюретка 25 мл – 1 шт.
Штатив для бюретки – 1 шт.
Лійка – 2 шт.
Стакан хімічний 50 або 100 мл – 2 шт.
Колба конічна 100 мл – 3 шт.
Піпетка 50 мл – 1 шт.
Аркуш білого паперу

Реактиви:

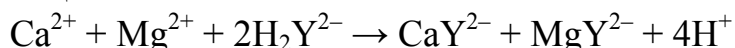
Стандартний 0,1 н розчин трилону Б (динатрій етилендіамінтетраацетат)
Металохромний індикатор – суха індикаторна суміш, що складається з тонкої дисперсії 0,5 г чистого індикатора еріохрому чорного Т і 50 г NaCl
Амонійна буферна суміш (рН ~ 9)
Дистильована вода
Зразок для аналізу

Техніка безпеки:

Амоніак, що використовується для приготування амонійної буферної суміші, є їдкою та подразнюючою речовиною. При потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно. Ємність з амоніаком та його сумішами не слід залишати відкритою.

Загальні відомості:

Визначення загальної жорсткості засноване на взаємодії іонів Кальцію та Магнію, що знаходяться в досліджуваному зразку, з трилоном Б при певних значеннях рН (~9) за рівнянням реакції:



Для визначення кінцевої точки титрування використовують металохромний індикатор еріохром чорний Т.

Хід досліду:

1. В три конічні колби для титрування за допомогою мірної піпетки відібрати аліквоти по 50 мл досліджуваного зразка (проба води), додати по 5 мл амонійної буферної суміші та невелику кількість (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші еріохрому чорного Т. Вміст колб ретельно перемішати до повного розчинення індикатора та одержання фіолетового розчину.
2. В бюретку, закріплену в штативі, налити розчин трилону Б (динатрій етилендіамінтетраацетату) із молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л (0,1 н розчин), встановивши нижній меніск рідини на нульовій поділці.
3. З бюретки повільно (по краплях) і при постійному перемішуванні додавати розчин трилону Б до досліджуваного розчину до зміни забарвлення індикатора еріохрому чорного Т з фіолетового на синій (без відтінків фіолетового кольору).

Після закінчення титрування записати об'єм трилону Б, який пішов на титрування (з точністю до десятих часток мл).

4. Дослід повторити ще двічі, кожного разу попередньо доливаючи стандартний розчин трилону Б в бюретку до нульової поділки.
5. Розрахувати середній об'єм розчину трилону Б, $V_{mБ}$, який було витрачено на титрування досліджуваного розчину у присутності металохромного індикатора еріохрому чорного Т.
6. Розрахувати загальну жорсткість досліджуваного зразка води Ж (ммоль-екв/л):

$$Ж = \frac{0,5C_{mБ} \cdot V_{mБ} \cdot 1000}{V_{H2O}} = 10 \cdot V_{mБ} \text{ (ммоль-екв/л)},$$

де $C_{mБ}$ – молярна концентрація еквівалента стандартного розчину трилону Б (0,1 моль-екв/л);

$V_{mБ}$ – середній об'єм стандартного розчину трилону Б, витрачений на титрування аліквоти досліджуваного зразка води, мл;

V_{H2O} – об'єм аліквоти досліджуваного зразка води (50 мл).

7. Заповнити таблицю.

№ проби	Об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування зразка води, мл	Середній об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування зразка води $V_{mБ}$, мл	Загальна жорсткість досліджуваного зразка води Ж, ммоль-екв/л
1			
2			
3			

Частина 2. Визначення вмісту іонів Кальцію і Магнію у воді

Посуд і обладнання:

Бюретка 25 мл – 1 шт.
Штатив для бюретки
Лійка – 2 шт.
Стакан хімічний 50 або 100 мл – 2 шт.
Колба конічна 100 мл – 3 шт.
Піпетка 50 мл – 1 шт.
Аркуш білого паперу

Реактиви:

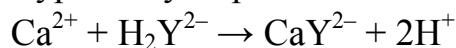
Стандартний 0,1 н розчин трилону Б
(дінатрій етилендіамінтетраацетату)
Металохромний індикатор – суха
індикаторна суміш, що складається
з тонкої дисперсії 0,5 г чистого
індикатора мурексиду і 50 г NaCl
6 М розчин NaOH
Дистильована вода
Зразок для аналізу

Техніка безпеки:

Гідроксид натрію, NaOH, є їдкою речовиною, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно, наважку брати лише за допомогою спеціального шпателя, в жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Гідроксид натрію є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, а ємність з досліджуваною речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

Загальні відомості:

Величина загальної жорсткості води відображає сумарну концентрацію іонів кальцію та магнію в 1 л досліджуваної води. Для визначення кількості кожного з цих іонів проводять визначення вмісту іонів кальцію титруванням аліквоти зразка тієї ж води трилоном Б в лужному розчині ($\text{pH} > 11$) у присутності іншого металохромного індикатора – мурексиду за реакцією:



В зазначених умовах ($\text{pH} > 11$) іони Mg^{2+} утворюють магній гідроксид $\text{Mg}(\text{OH})_2$, який випадає в осад і не бере участі у реакції з трилоном Б.

За результатами експерименту розраховують концентрацію іонів Ca^{2+} в розчині. Концентрацію іонів Mg^{2+} визначають як різницю між сумарною концентрацією іонів Ca^{2+} та Mg^{2+} та концентрацією іонів Ca^{2+} в досліджуваному зразку.

Хід досліду:

1. В три конічні колби для титрування за допомогою мірної піпетки відібрати аліквоти по 50 мл досліджуваного зразка води, додати по 5 мл 6 М розчину NaOH та невелику кількість (на кінчику шпателя) сухої індикаторної суміші мурексиду. Вміст колб ретельно перемішати до повного розчинення індикатора та одержання рожевого розчину.

- В бюретку, закріплену в штативі, налити розчин трилону Б (динатрій етилендіамінтетраацетату) із молярною концентрацією еквівалента 0,1 моль/л (0,1 н розчин), встановивши нижній меніск рідини на нульовій поділці.
- З бюретки повільно (по краплях) і при постійному перемішуванні додавати розчин трилону Б до досліджуваного зразка до зміни забарвлення індикатора мурексиду з рожевого до фіолетового. Після закінчення титрування записати об'єм трилону Б, який пішов на титрування (з точністю до десятих часток мл).
- Дослід повторити ще двічі, кожного разу попередньо доливаючи стандартний розчин трилону Б в бюретку до нульової поділки.
- Розрахувати середній об'єм розчину трилону Б, $V_{mБ-Ca}$, який було витрачено на титрування іонів кальцію в досліджуваному зразку у присутності металохромного індикатора мурексиду.
- Розрахувати концентрацію еквіваленту іонів Ca^{2+} в досліджуваному зразку води $C_{Ca^{2+}}$ (ммоль-екв/л):

$$C_{Ca^{2+}} = \frac{0,5C_{mБ} \cdot V_{mБ-Ca} \cdot 1000}{V_{H_2O}} = 10 \cdot V_{mБ-Ca} \text{ (ммоль-екв/л)},$$

де $C_{mБ}$ – молярна концентрація еквівалента стандартного розчину трилону Б (0,1 моль-екв/л);

$V_{mБ-Ca}$ – середній об'єм стандартного розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів Ca^{2+} в аліквоті досліджуваного зразка води, мл;

V_{H_2O} – об'єм аліквоти досліджуваного зразка води (50 мл).

- Беручи до уваги молярну масу еквівалентів Кальцію та Магнію, розрахуйте вміст окремих іонів в досліджуваному зразку води.
- Заповнити таблицю.

№ проби	Об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів Ca^{2+} в зразку води, мл	Середній об'єм 0,1 н розчину трилону Б, витрачений на титрування іонів Ca^{2+} в зразку води $V_{mБ}$, мл	Концентрація іонів Ca^{2+} в досліджуваному зразку води $C_{Ca^{2+}}$, ммоль-екв/л	$m_{Ca^{2+}}$, мг/л	Концентрація іонів Mg^{2+} в досліджуваному зразку води $C_{Mg^{2+}}$, ммоль-екв/л	$m_{Mg^{2+}}$, мг/л
1						
2						
3						

Практична робота №2

СМАРТФОН ЯК АЛЬТЕРНАТИВА СКЛАДНОГО АНАЛІТИЧНОГО ОБЛАДНАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ВМІСТУ ФЕРУМУ У ВОДІ

Наявність Феруму у вигляді розчинних солей у воді природного походження зумовлена відносно високим вмістом цього елемента в земній корі. Водночас вода, що постачається споживачам за допомогою водогонів із залізних труб, додатково «збагачується» Ферумом внаслідок процесів корозії водогінних труб. Дуже часто наявність цього хімічного елемента у воді з водогону нескладно визначити «на око» – сполуки Fe^{3+} надають воді бурого забарвлення, та на смак – вода з підвищеним вмістом Феруму, навіть прозора і безбарвна, має специфічний, так званий



«металевий» присмак. Надлишковий вміст Феруму у воді є не лише побутовою естетичною проблемою, що призводить до забруднення сантехніки, одягу, посуду, утворення бурого накипу в чайниках. Осад з нерозчинних сполук Феруму, що осідає на внутрішній поверхні труб, зменшує їх пропускну здатність, наслідком чого можуть стати аварії систем водогону. Вживання

такої води, в тому числі для приготування їжі, пов'язане не лише з неприємними смаковими відчуттями. Незважаючи на те, що Ферум є надважливим компонентом системи перенесення кисню в організмі людини, систематичне вживання води з підвищеним вмістом Феруму може призвести до його накопичення в організмі людини, що в свою чергу викликає низку порушень в роботі практично всіх життєво важливих органів та систем. Саме тому вміст Феруму у питній воді регламентується Державними санітарними нормами і правилами і для води з водогону не повинен перевищувати 0,2 мг/л. Для води з колодязів цей показник може бути більшим – до 1 мг/л.

Найбільш поширеним способом визначення вмісту Феруму у розчині є фотометрія. Цей метод заснований на здатності Феруму (III) утворювати з низкою специфічних реагентів сполуки, розчини яких мають насичене забарвлення різного кольору, інтенсивність якого лінійно залежить від концентрації розчинів. Для вимірювання оптичної густини (інтенсивності забарвлення) використовують спеціальні прилади – фотоколориметри або більш складні спектрофотометри, робота яких заснована на здатності забарвлених розчинів поглинати електромагнітне випромінювання у видимій (видиме світло) або ультрафіолетовій (ультрафіолетове випромінювання) частинах спектра. Перевагою спектрофотометра є можливість пропускати крізь досліджуваний зразок світловий потік з будь-яким значенням

довжини хвилі випромінювання (ультрафіолетове/видиме), тоді як фотоколориметр дає змогу вимірювати забарвлені розчини лише з обмеженої кількості доступних довжин хвиль у видимій області.

Сучасні технології та людська винахідливість дають змогу провести аналізи, які раніше можна було здійснити лише в добре обладнаних аналітичних лабораторіях, у «польових» умовах за допомогою підручних засобів – смартфона зі встановленою спеціальною програмою (додатком), що за допомогою камери смартфона, здатна визначати колір розчину та його інтенсивність (насиченість). Зрозуміло, що точність такого способу поступається спеціальним аналітичним приладам, однак вона є достатньою для проведення порівняльного кількісного хімічного аналізу за відсутності «під рукою» відповідного лабораторного обладнання.



Для виконання цієї роботи учні мають попередньо завантажити на свій смартфон додаток з розпізнавання кольорів. Рекомендується безкоштовний додаток Color Grab (Loomatix Ltd.) доступний через сервіс Google Play Market, або інший подібний додаток, який має функцію визначення насиченості кольору.

Посуд і обладнання:

Мірна колба 200 мл – 1 шт.
Мірна колба 100 мл – 10-12 шт.
Мірний циліндр 25 мл – 1 шт.
Мірний циліндр 200 мл – 1 шт.
Стакан хімічний 50 мл сухий – 4 шт.
Колба конічна або стакан 200 (500 мл) – 2 шт.
Піпетки 50 мл – за кількістю проб води
Піпетка 10 мл – 4 шт.
Піпетки Пастера
Штатив
Аркуш білого паперу
Смартфон зі встановленим додатком з розпізнавання кольорів

Реактиви:

Ферум(III)-амоній сульфат,
 $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2$, стандартний розчин з вмістом Феруму (III) 0,05 мг/мл
Калій роданід, KSCN, або амоній роданід, NH_4SCN , 1,5 М розчин
Хлоридна кислота, HCl, 17 % розчин
Амоній персульфат, $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$, 10% розчин
Дистильована вода
Проби води для аналізу (досліджувані зразки)

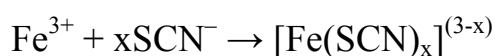
Техніка безпеки:

Хлоридна кислота, HCl, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричиняє подразнення та опіки. При роботі з кислотою слід уникати розбризкування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі.

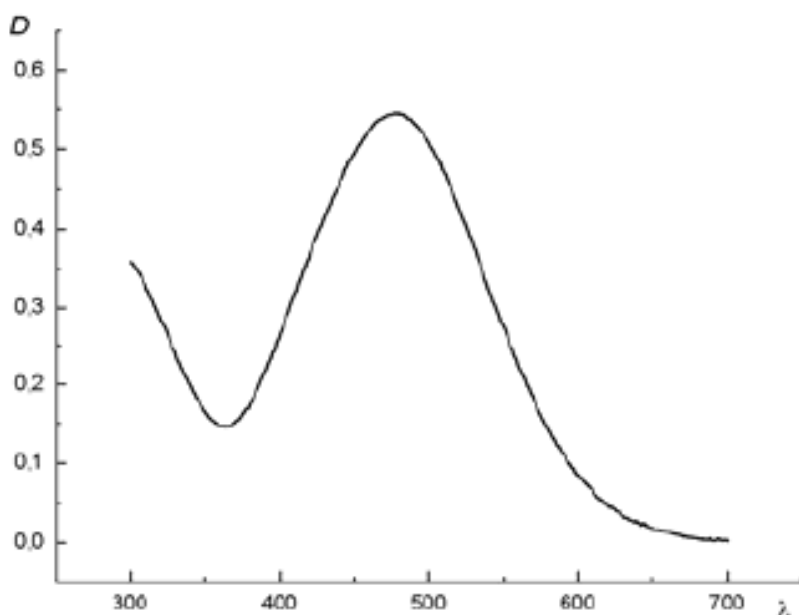
Амоній персульфат, (NH₄)₂S₂O₈ – сильний окисник. Потрапляння твердої речовини на органічні матеріали може викликати пожежу. Розчини можуть пошкоджувати одяг та інші матеріали, тому працювати потрібно обережно та у спецодязі.

Загальні відомості:

Метод визначення вмісту Феруму (III) в досліджуваному розчині оснований на взаємодії іонів Fe³⁺ та SCN⁻ з утворенням суміші інтенсивно забарвлених комплексів змінного складу відповідно за схемою:



Спектр поглинання комплексів Феруму (III) з роданід-іонами при C_{Fe} = 5·10⁻³ мг/мл при товщині оптичного шару 10 мм наведено на рисунку:



Даний метод аналізу вимагає чітко дотримуватись таких умов виконання експерименту:

- при підготовці розчинів Fe³⁺ до вимірювань всі реагенти необхідно додавати у зазначеній в методиці послідовності,
- можливість взаємодії між окисником Fe³⁺ та відновником SCN⁻, призводить до зменшення стабільності складу досліджуваного розчину (комплексів [Fe(SCN)_x]^(3-x)), тому тривалість вимірювання оптичних властивостей зразка повинна бути обмеженою.

Хід досліду:

Приготування розчинів реагентів.

1. Для приготування 200 мл стандартного розчину Феруму (III) з концентрацією Fe^{3+} 0,05 мг/мл необхідно наважку 0,8634 г $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ розчинити у дистильованій воді за допомогою мірної колби номінального об'єму 100 мл. Довести рівень розчину до мітки. Після цього відібрати 10 мл одержаного розчину та перенести його в мірну колбу номінального об'єму 200 мл. Довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою. Якщо маса наважки $\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ відрізняється від зазначеної вище, необхідно розрахувати концентрацію Феруму (III) в одержаному стандартному розчині ($M_{\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}} = 482,19$ г/моль, $M_{\text{Fe}} = 55,85$ г/моль).
2. Для приготування 1,5 М розчину необхідно наважку 29,15 г KSCN (або 22,84 г NH_4SCN) розчинити у 200 мл дистильованої води.
3. Для приготування 10% розчину $(\text{NH}_4)_2\text{S}_2\text{O}_8$ необхідно до наважки 10 г амоній персульфату, взятої в хімічному стакані об'ємом не менше 100 мл, додати 90 г дистильованої води. Вміст стакану перемішати до повного розчинення солі та одержання відповідного розчину.

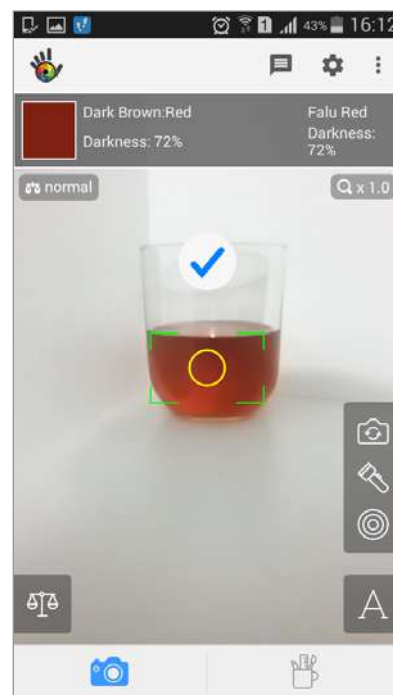
Підготовка «вимірювального блоку», що імітуватиме фотометричний прилад.

Налити дистильовану воду в чистий посуд з прозорого білого скла, який буде відігравати роль кювети для вимірювань. Розмістити імпровізовану «кювету» перед білим екраном (наприклад, аркушем чистого білого паперу).

Запустити додаток Color Grab і перейти в режим вимірювання насиченості кольору («Darkness»). Встановити максимальний розмір відео-шукача.

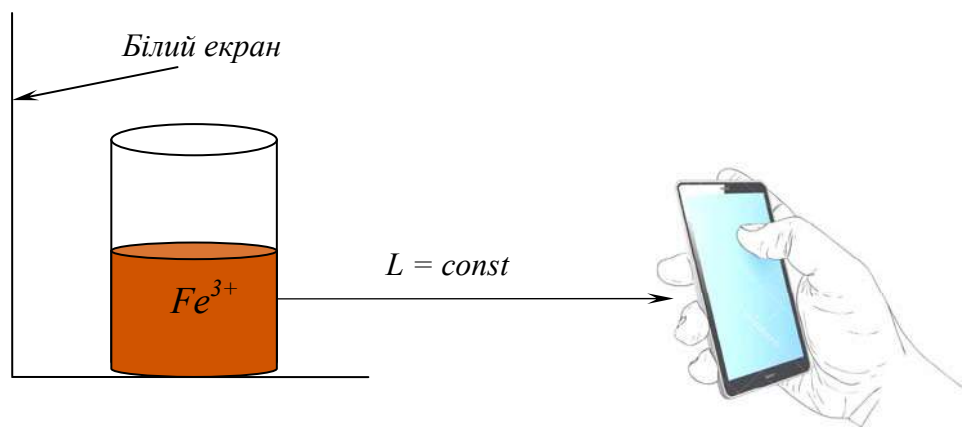
Зафіксувати смартфон на зручній відстані від досліджуваного розчину, так, щоб відео-шукач потрапляв на середину об'єму рідини і не захоплював при цьому написів або інших міток, що можуть знаходитися на поверхні посуду.

Після встановлення показів записати отриману величину «Darkness».



УВАГА!!! Для зменшення похибки експерименту слід дотримуватись таких рекомендацій:

- відстань між досліджуванним розчином і відео-шукачем смартфона має залишатись незмінною, для цього смартфон необхідно закріпити, наприклад, у штативі, уникаючи при цьому надмірних зусиль, що можуть його пошкодити, а посуд з досліджуванним розчином кожного разу слід розміщувати на однаковій відстані від білого екрану!!!



- при проведенні вимірювання слід підтримувати однаковий рівень освітлення в приміщенні, уникаючи при цьому віддзеркалення освітлювальних приладів поверхнею посуду з досліджуванним розчином та потрапляння на нього тіней.

Проведення вимірювань.

Частина 1. Побудова калібрувального графіка

- 1.1. В мірні колби ємністю 100 мл (5 шт.) відібрати 1, 2, 3, 6, 10 мл попередньо приготованого стандартного розчину Феруму (III) з точно визначеною концентрацією Fe^{3+} .
- 1.2. В кожену колбу додати по 10 мл 17% розчину HCl, по 10 мл дистильованої води та по 5 мл 10% розчину амоній персульфату.
- 1.3. Безпосередньо перед проведенням фотометричних вимірювань в мірну колбу, що містить певний об'єм розчину Fe^{3+} , додати 10 мл розчину KSCN (NH_4SCN) і довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою.
- 1.4. З мірної колби, що містить зразок підготовлений до аналізу, за допомогою піпетки Пастера відібрати необхідну кількість досліджуваного розчину та виміряти насиченість його кольору за допомогою додатка Color Grab, дотримуючись наведених вище рекомендацій.
- 1.5. Повторити процедури за пп. 1.3 і 1.4 для всіх розчинів з різною концентрацією Fe^{3+} .
- 1.6. Заповнити таблицю.

1.7. За результатами вимірювань побудувати калібрувальний графік в координатах насиченість забарвлення D – вміст Феруму (III).

№ зразка	Об'єм стандартного розчину Fe^{3+} , мл	Вміст Fe^{3+} в досліджуваному зразку, мг	Насиченість забарвлення, %
Дистильована вода			
1	1		
2	2		
3	3		
4	6		
5	10		

Частина 2. Визначення вмісту Феруму в пробах води

- 2.1. В мірні колби ємністю 100 мл відібрати по 50 мл досліджуваних проб води за допомогою піпетки відповідного об'єму.
- 2.2. В кожену колбу додати по 10 мл 17% розчину HCl та по 5 мл 10% розчину амоній персульфату.
- 2.3. Безпосередньо перед проведенням фотометричних вимірювань до підготовлених досліджуваних проб води додати 10 мл розчину $KSCN$ (NH_4SCN) і довести об'єм розчину до мітки дистильованою водою.
- 2.4. З мірної колби, що містить зразок підготовлений до аналізу, за допомогою піпетки Пастера відібрати необхідну кількість досліджуваного розчину та виміряти насиченість його кольору за допомогою додатка Color Grab, дотримуючись наведених вище рекомендацій
- 2.5. Повторити процедури за пп. 2.3 і 2.4 для всіх досліджуваних зразків води.
- 2.6. Заповнити таблицю.
- 2.7. За калібрувальним графіком, побудованим в першій частині роботи, визначити загальний вміст Fe^{3+} (мг) в аналіті.
- 2.8. Розрахувати масову концентрацію Феруму (мг/л) в досліджуваному зразку води за формулою:

$$X = c \cdot 10 \cdot 2$$

де c – концентрація Феруму, визначена за калібрувальним графіком, мг/100 мл;
 10 – коефіцієнт перерахунку концентрації мг/100 мл в концентрацію мг/л;

2 – коефіцієнт перерахунку між об'ємом проби для калібрувального графіка (100 мл) і об'ємом досліджуваного зразка води (50 мл).

Проба (короткий опис)	Насиченість забарвлення, %	Вміст Fe^{3+} в досліджуваному зразку, мг/100 мл (за калібрувальним графіком)	Масова концентрація Феруму в досліджуваному зразку води (мг/л)

Розділ II

СУЧАСНІ ТЕХНОЛОГІЇ В ПРОЦЕСАХ ОЧИЩЕННЯ ВОДИ

Практична робота № 3

ЗАСТОСУВАННЯ ПРОЦЕСУ ФОТОКАТАЛІЗУ ДЛЯ ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД НА ПРИКЛАДІ ФОТОКАТАЛІТИЧНОГО ВІДНОВЛЕННЯ БАРВНИКА У ПРИСУТНОСТІ ТИТАН (IV) ОКСИДУ TiO_2

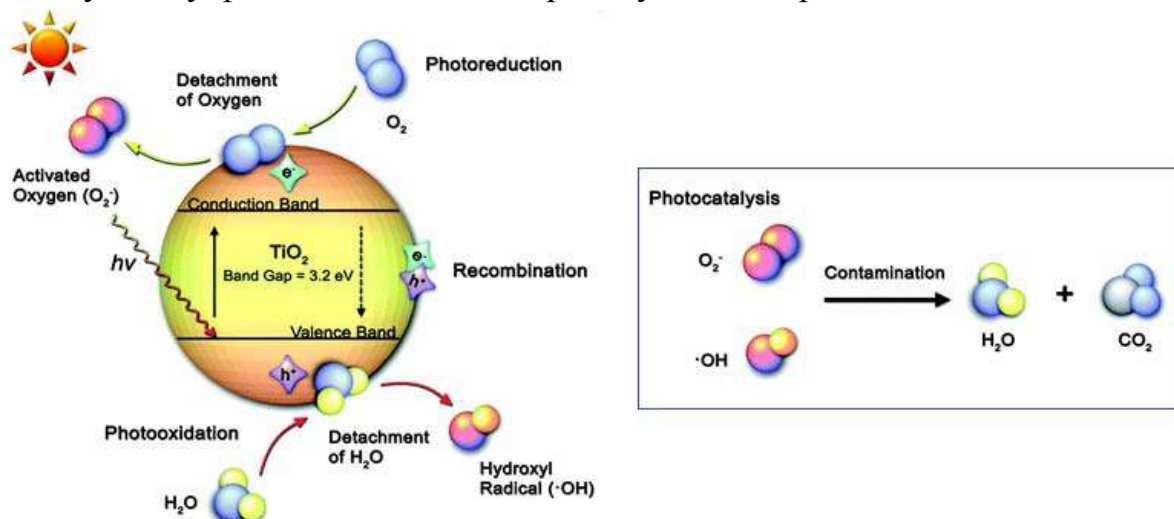
У житті людини процеси фотокаталізу відіграють важливу роль. У промисловості процес фотокаталізу використовують для одержання хімічних сполук складної будови (наприклад, ліків). В нових системах кондиціонування повітря використовують картриджі фотокаталітичного очищення. У природі яскравим прикладом фотокаталізу є процес фотосинтезу у рослин.

Але що таке фотокаталіз і чому він є таким важливим для людства? Спробуємо розібратися.

Фотокаталіз – це процес прискорення хімічної реакції за участі додаткової сполуки-каталізатора під дією світлового випромінювання (переважно ультрафіолетової та видимої області спектра). Існує як гомогенний (фотокаталізатор та реагенти утворюють гомогенний розчин; найбільш розповсюдженим прикладом є реакція Фентона – фотоокиснення органічних сполук у середовищі $\text{Fe}^{2+}/\text{H}_2\text{O}_2$) так і гетерогенний (фотокаталізатор та реагенти утворюють гетерогенну систему в якій, зазвичай, фотокаталізатор є твердою речовиною, а реагенти знаходяться в рідкому або газоподібному стані) фотокаталіз.

На сьогодні гетерогенний фотокаталіз має надзвичайну практичну цінність та представлений багатьма реакціями часткового або повного окиснення, дегідрування, реакціями переносу гідрогену та ін. Найбільш поширеними фотокаталізаторами є оксиди металів: TiO_2 , WO_3 , ZnO , Ta_2O_5 .

Загальну схему фотокаталітичного процесу можна представити таким чином.



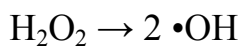
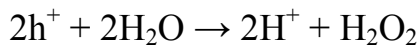
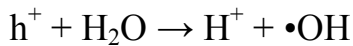
Розглянемо основні хімічні процеси, що відбуваються при цьому:

1. При поглинанні кванта випромінювання у фотокаталізаторі (на прикладі оксиду металу Me_xO_y) утворюються носії зарядів – електрони (e^-) та дірки (h^+):

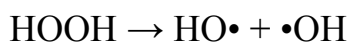
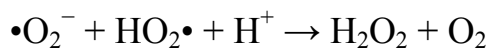
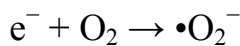


2. Далі носії зарядів беруть участь в окисно-відновній взаємодії з молекулами оточуючого середовища (H_2O , O_2).


а) реакції окиснення при фотокаталізі:



б) реакції відновлення при фотокаталізі:



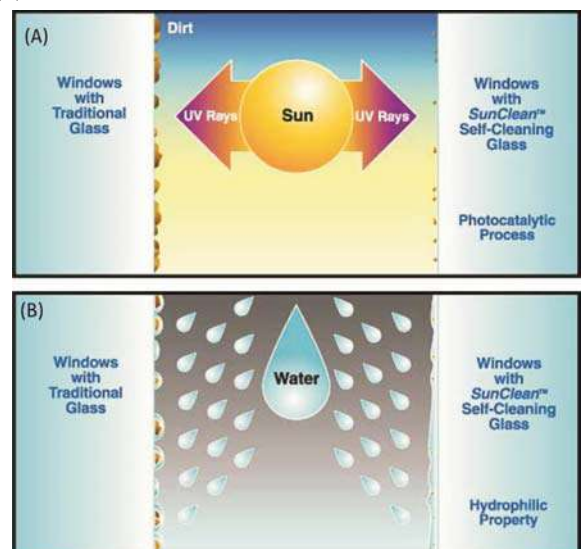
Радикали гідроксилу $\cdot\text{OH}$, що утворюються в обох процесах, є надзвичайно активними та неспецифічними окисниками (тобто здатні окиснювати все, що здатне до окиснення), оскільки їх окиснювальний потенціал ($E_0 = +3,06 \text{ В}$) дорівнює E_0 Флуору.

	Якщо вказана тема зацікавила вас, більше цікавої інформації про фотокаталіз можна знайти на сайті Британського Королівського хімічного товариства www.rsc.org/learn-chemistry , пошук по слову «photocatalyst».
---	--

Існує низка прикладів застосування процесу фотокаталізу в нашому повсякденному житті, на яких варто зупинитися детальніше.

1) віконне скло з функцією самоочищення *Pilkington ActivTM*.

Спеціальна технологія покриття поверхні скла ультратонким шаром фотокаталізатора TiO_2 надає склу здатність до самоочищення. Під дією УФ-променів частинки бруду, що налипають на скло, розкладаються під дією TiO_2 та втрачають здатність зчіплюватися з його поверхнею. Залишки бруду легко змиваються дощем або водою без використання миючих засобів та абразивних матеріалів. Провідним виробником такого скла є відома британська компанія Pilkington;





2) *нетоксичні протиобростаючі покриття ePaint*. Нові типи фарб на основі TiO_2 , що не містять токсичні метали (Cu^{2+} , Zn^{2+}), демонструють свою ефективність проти налипання на корпуса суден та водних споруд водоростей, молюсків та інших водних шкідників, які роблять поверхню водних споруд власним житлом, пошкоджуючи її. На відміну від традиційних покриттів, дія яких була пов'язана з виділенням у зовнішнє середовище іонів важких металів, ефект покриттів, розроблених компанією *ePaint*, пов'язаний з поглинанням розсіяного у воді сонячного світла, що спричиняє утворення на поверхні H_2O_2 і робить корпуса суден непридатними для життя живих організмів. За відсутності важких металів забруднення оточуючого середовища не відбувається.

В наші часи велика увага приділяється охороні та захисту довкілля, а також збереженню мінеральних та енергоресурсів шляхом використання нових технологій енергозбереження. В цих напрямках фотокаталітичні процеси також продемонстрували свою ефективність. Зокрема дуже перспективним виглядає розвиток технологій виробництва нових типів паливних елементів та дезінфекція води і повітря.

3) *фотокаталітичні системи розкладу H_2O* .

Велика перспектива використання водню як синтетичного палива, завдяки його високій енергоємності та екологічності, активізує розробку систем розкладу води. Їх суміщення з водневими паливними елементами здатне створити нову промислову революцію у машинобудуванні, хімічній промисловості, виробництві енергії тощо. Але на даний час ефективність таких перетворювачів не перевищує 10 %.



4) *системи дезінфекції повітря та води*.

Цей напрям вже набув широкого розповсюдження завдяки своїй простоті та ефективності. Опромінення УФ-світлом поверхні з ультратонким шаром TiO_2 за наявності H_2O та O_2 спричиняє появу високоактивних радикалів $\text{HO}\cdot$, які, завдяки надзвичайно сильним окиснювальним властивостям, реагують з макромолекулами клітинних мембран мікроорганізмів, що спричиняє їх деструкцію та смерть клітин. Безумовно, в даній технології є певні недоліки (наприклад, задовільну



ефективність має лише яскраве сонячне освітлення; набагато ефективнішим є штучне ультрафіолетове освітлення), але впровадження цієї технології все ж є виправданим у країнах з великою кількістю сонячних днів та високою потужністю сонячного опромінення (Іран, Індія, країни Африки, Австралія).

До зазначених вище потрібно додати й нові способи очищення стічних вод від органічних забруднювачів, в яких можливе використання процесу фотокаталізу.

Серед низки фотокаталізаторів, переважна кількість яких є оксидами перехідних металів, особливе місце завдяки широкій розповсюженості, безпечності, низькій вартості та високій фотокаталітичній активності займає титан (IV) оксид TiO_2 . В більшості перелічених випадків застосування фотокаталізу в промисловості та побуті саме він виконує активну функцію фотокаталізатора.



Титан (IV) оксид, діоксид титану. Хімічна формула TiO_2 . Як пігмент (добавка до інших матеріалів для надання певних властивостей) має назву *пігмент білий 6* (PW6) або CI 77891, або E171. Використовують як добавку в лаки та фарби, папір, пластики (цей напрямок складає 80 % від загального світового виробництва TiO_2). Добавка у волокна, гуму, косметичні вироби (захист від УФ-променів) та харчові продукти (молочні, кондитерські вироби) – ще 8 % виробництва.

До інших напрямів застосування належать виробництво спеціального скла, кераміки, електроніки, каталізаторів, хімічних напівпродуктів тощо.

Зазвичай виготовлення фотокаталізаторів навіть у лабораторних умовах супроводжується певними труднощами, які пов'язані з умовами процесу їх одержання: велика кількість побічних продуктів синтезу, які здатні забруднювати продукт та зменшувати його активність, високі температури обробки, необхідність введення модифікаторів тощо. Завдяки цьому продемонструвати процес фотокаталізу доволі складно. Але детальна розробка цієї проблеми дозволила застосувати відомий спосіб синтезу TiO_2 для спрощеного виготовлення фотокаталізатора в загальнолабораторних умовах та апробувати його для очищення забрудненої води.

Частина 1. Синтез фотокаталізатора TiO_2

Всі роботи проводяться за наявності засобів індивідуального захисту!

Посуд і обладнання:

Стакан хімічний 50-100 мл
Магнітна мішалка зі стрижнем
Піпетки Пастера
Тигель порцеляновий
Ступка порцелянова з пестиком

Реагенти

Титан (IV) ізопропоксид, $Ti(OC_3H_7)_4$
Гідроген пероксид, H_2O_2 , 30 %
Дистильована вода

Техніка безпеки:

Титан (IV) ізопропоксид, ізопропилортотитанат, $Ti(OC_3H_7)_4$ – летка речовина, має подразнюючу дію при потраплянні на шкіру та слизові оболонки носу та очей. Може викликати головокружіння.

Гідроген пероксид, H_2O_2 – сильний окисник. Має подразнюючу дію при потраплянні на шкіру та слизові оболонки, може викликати хімічні опіки. Потраплення концентрованих розчинів на органічні матеріали може викликати пожежу.

Хід досліду:

1. В хімічний стакан ємністю 50-100 мл налити 20 мл H_2O , поставити на магнітну мішалку та при повільному перемішуванні додати по краплях 0,5 мл титан (IV) ізопропоксиду $Ti(OC_3H_7)_4$. Після додавання всієї кількості $Ti(OC_3H_7)_4$ отриману суміш перемішати протягом 30 хв, вимкнути перемішування та після відстоювання осаду ортотитанової кислоти H_4TiO_4 (або $Ti(OH)_4$, або $H_2TiO_3 \cdot xH_2O$) верхній шар рідини обережно злити, зберігаючи весь осад на дні стакану. До осаду додати 10 мл H_2O , збовтати та після відстоювання рідину повторно злити. Дану операцію повторити ще 1 раз для отримання максимально чистої H_4TiO_4 .
2. До отриманого осаду додати 10 мл H_2O та при перемішуванні *по краплях* зі швидкістю 1 крапля в секунду додати 30 %-й розчин гідроген пероксиду до повного розчинення ортотитанової кислоти (для цього може знадобитися близько 2 мл розчину H_2O_2) та утворення жовто-горячого прозорого розчину пероксотитанової кислоти. Допускається наявність в реакційній суміші невеликої кількості бульбашок як результат каталітичного розкладу H_2O_2 .
3. Після закінчення стадії синтезу пероксотитанової кислоти отриманий розчин перенести в фарфоровий тигель та поставити на теплу (нагріту не вище 100 °C) електроплитку та уважно спостерігаючи за сумішшю провести повільний розклад надлишку H_2O_2 та конденсацію розчиненої пероксотитанової кислоти з утворенням гелю пероксотитанової кислоти. Якщо виділення газу при розкладі H_2O_2 відбувається бурхливо та є загроза потраплення реакційної суміші на електроприлад, тигель слід поставити на металевий піддон та охолодити.
4. Після утворення гелю пероксотитанової кислоти та закінчення процесу газоутворення тигель нагріти на електроплитці за температури близько 200 – 250 °C протягом 1-1,5 год до перетворення жовтого гелю у білий або ледь забарвлений порошок кристалічного TiO_2 . Одержаний TiO_2 ретельно розтерти в порцеляновій ступці до утворення тонкого порошку та використати для подальших експериментів з фотокаталізу.

Частина 2. Фотокаталітичне відновлення барвника під дією синтезованого TiO_2

Посуд і обладнання:

Пробірки скляні – 4 шт.
піпетки Пастера – 3 шт.
УФ-лампа (для імітації сонячного випромінювання)

Реактиви:

Натрій 2,6-дихлорфеноліндофенолят
(барвник)
Гліцерин
 SiO_2 (Аеросил)

Техніка безпеки:

Натрій 2,6-дихлорфеноліндофенолят, Na-ДФ – барвник, який при потраплянні на шкіру залишає плями, які важко змити.

Силіцій (IV) оксид, діоксид кремнію, SiO_2 – високодисперсний порошок і наповнювач. Утворює пил, що подразнює дихальні шляхи та органи дихання.

Штучні джерела УФ-випромінювання – лампи та інші види джерел освітлення, що випромінюють світло переважно з ультрафіолетової області спектра. УФ-випромінювання небезпечно для органів зору та шкіри. При використанні джерел УФ-освітлення необхідно використовувати захисні окуляри та захищати шкіру від УФ-променів малої довжини хвилі (бактерицидні лампи). Тривала дія УФ-променів на шкіру може бути причиною виникнення пухлин, на очі – катаракти.

Хід досліду:

1. Приготувати водний розчин барвника натрій 2,6-дихлорфеноліндофеноляту (Na-ДФ) з концентрацією 0,5 г/л у кількості, необхідній для проведення роботи.
2. Для проведення експерименту з фотокаталізу в 3 пробірки внести по 10 мг синтезованого каталізатора, в одну – 10 мг аеросилу (SiO_2). Потім додати по 5 мл дистильованої води, 0,3 г гліцерину та 1 мл розчину барвника. Пробірки позначити відповідно до таблиці:

Експеримент	Розчин Na-ДФ	H_2O	Гліцерин	Каталізатор	Тип опромінення (сонячне світло/ штучне УФ)
Пробірка 1	1 мл	5 мл	0,3 г	-	
Пробірка 2	1 мл	5 мл	0,3 г	10 мг TiO_2	
Пробірка 2а	1 мл	5 мл	0,3 г	10 мг TiO_2	помістити в затемнене місце
Пробірка 3	1 мл	5 мл	0,3 г	10 мг SiO_2	

3. Після внесення всіх компонентів, пробірку 2а на час експерименту слід розмістити в затемненому місці, решту пробірок, в залежності від погодних умов, винести на яскраве сонячне світло (віконне скло може зіпсувати результати експерименту через поглинання частини сонячного спектра випромінювання), або розмістити під джерелом штучного УФ-випромінювання.

4. Зафіксувати перетворення, що відбулися з вмістом пробірок через 5, 10, 20 і 30 хв від початку опромінення. Результати записати в таблицю.

Експеримент	Через 5 хв.	Через 10 хв.	Через 20 хв.	Через 30 хв.
Пробірка 1				
Пробірка 2				
Пробірка 2а				
Пробірка 3				

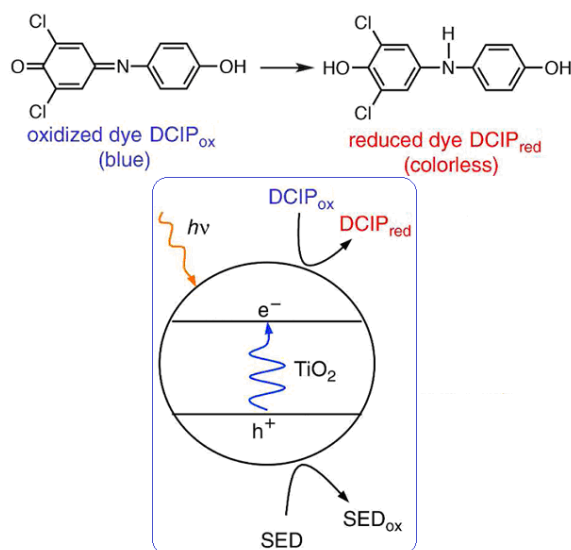
5. Виходячи з механізму процесу фотокаталізу, наведеного на рисунку на прикладі реакції відновлення барвника Na-ДІФ, та результатів власного експерименту дати відповіді на питання, наведені нижче і зробити висновки.

1) Визначте основні умови перебігу фотокаталітичних процесів.

2) Порівняйте фотокаталітичну активність сполук, використаних в експерименті.

3) Порівняйте хімічну будову барвника Na-ДІФ в окисненому та відновленому стані. Які відміни ви помітили? Як будова сполуки може бути пов'язана з її властивостями (забарвленням)?

4) Розгляньте наведену діаграму. Визначте окремі стадії процесу фотокаталізу та їх послідовність.



Практична робота № 4

КОРОЗІЯ ЯК МЕТОД ОЧИЩЕННЯ СТИЧНИХ ВОД. ВИДАЛЕННЯ ІОНІВ ХРОМУ (VI) ЗІ СТИЧНИХ ВОД ЗА ДОПОМОГОЮ ЗАЛІЗНОЇ СТРУЖКИ

Як відомо, корозія – це процес самовільного хімічного або електрохімічного руйнування металів та сплавів при взаємодії з зовнішнім середовищем: повітрям, водою, розчинами електролітів тощо. Слід знати, що термін «корозія» застосовується не лише для металів. Скло, кераміка та полімери також здатні до хімічної корозії, яка має певну назву («деградація» для полімерів, «вилуговування» для скла).

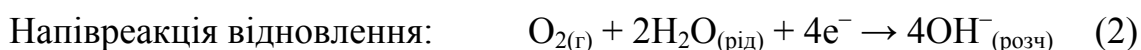
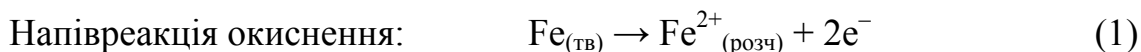
Корозія заліза, як найбільш знайомий нам вид корозії, має назву «іржавіння» є окисно-відновним процесом, що найбільш активно відбувається на відкритому вологому повітрі.



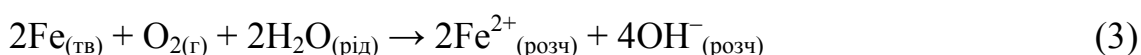
Корозія є доволі витратним процесом та обходиться людству доволі дорого. Збитки від корозії лише виробів з металу у Сполучених Штатах Америки перевищують \$300 млрд. щорічно.

Розглянемо хімічну складову процесу корозії заліза. Коли залізо піддається дії кисню повітря та води ми спостерігаємо утворення іржі. Процес іржавіння складається з кількох стадій.

На першій стадії металеве залізо окислюється до іонів Феруму (II), Fe^{2+} , а кисень повітря відновлюється до іонів гідроксиду, OH^- . Цю окисно-відновну реакцію можна представити за допомогою двох напівреакцій:



Поєднуючи ці напівреакції та зрівнюючи баланс за електронами отримуємо окисно-відновну реакцію (в іонній формі) взаємодії між залізом, киснем та водою:

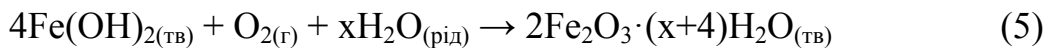


Згідно з рівнянням та хімічними закономірностями, іони Fe^{2+} та OH^- повинні реагувати з утворенням малорозчинного світло-зеленого ферум (II) гідроксиду, $\text{Fe}(\text{OH})_2$:



Однак цього ніколи не відбувається. Чому?

Тому, що сполуки Феруму (II) є досить сильними відновниками, і ферум (II) гідроксид, $\text{Fe}(\text{OH})_2$, в момент утворення реагує з киснем повітря та водою, що призводить до утворення гідратованої форми ферум (III) оксиду, $\text{Fe}_2\text{O}_3 \cdot n\text{H}_2\text{O}$, шаруватої червоно-бурої твердої сполуки, відомої як «іржа»:



Для зменшення або попередження корозії металу застосовують низку способів: захисні полімерні та металеві покриття.



*зміна умов зберігання
та експлуатації*

(зберігання під навісом або у приміщенні, введення у контактне середовище використання речовин, що зменшують вміст активних газуватих сполук)

розробка нових матеріалів, стійких до корозії

(Hastelloy[®] – сплави нікелю (див. малюнок),
Nirosta[®] – сплави феруму,
Timetal[®] – сплави титану)



катодний захист

(електропровідне з'єднання металічного виробу з більш активним металом, або під'єднання виробу до негативного контакту джерела електричного струму)

застосування інгібіторів корозії

(нанесення на поверхню металу сполук, що змінюють хімічний склад поверхневого шару, зменшуючи реакційну здатність металу)



захисні полімерні покриття – лаки, фарби
(формування захисного полімерного шару на поверхні металу, який запобігає взаємодії металу з активними складовими середовища)

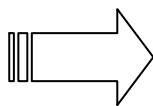


захисні металеві покриття – хромування, нікелювання
(формування захисного шару малоактивного металу на поверхні металевого виробу, який запобігає взаємодії металу основи з активними складовими середовища)

Все сказане вище представляє процес корозії лише з негативної точки зору. Але слід пам'ятати, що всі хімічні процеси можуть мати як небажані, так і корисні наслідки. І процес корозії заліза не є виключенням. Чому це так?

Розібратися в цьому питанні може допомогти саме останній спосіб захисту від корозії – нанесення захисного металевого покриття на поверхню металевого виробу який необхідно захистити.

Зазвичай металеві покриття (окрім окремих випадків газофазного осадження металів у глибокому вакуумі та хімічної металізації поверхонь благородними металами) наносяться за допомогою електрохімічних (гальванічних) методів осадження.



Процес нанесення захисного шару хрому (хромування), який також надає виробам з металу покращені декоративні властивості (гладкість та блискучість; див. малюнок), відбувається за допомогою метода електрохімічного осадження з підкислених водних розчинів сполук Хрому (VI).

Типовий склад такого розчину наведено в таблиці.

Склад	Концентрація, г/л
Хром (VI) оксид, CrO ₃	400-500
Стронцій сульфат, SrSO ₄	2-14
Калій гексафторосилікат, K ₂ [SiF ₆]	4-26
Діхлормалонова кислота, Cl ₂ C(COOH) ₂	4-50
Калій діхромат, K ₂ Cr ₂ O ₇	2-8

Безумовно, цей процес не є одностадійним. Нанесення шару хрому можна проводити багаторазово, корегуючи хімічний склад розчину додатковим внесенням необхідних складових. Але поступове накопичення небажаних домішок та побічних продуктів взаємодії призводить до погіршення характеристик покриттів і відпрацьований розчин необхідно змінювати на новий. І ось тут виникає складна проблема утилізації цього розчину, всі компоненти якого є вкрай небезпечними для людини та навколишнього середовища.

Особливу небезпеку несуть в собі сполуки Хрому (VI), які використовуються в великих концентраціях: вони мають чітко виражені канцерогенні та мутагенні властивості, здатні порушувати репродуктивну функцію, викликати алергію, спричиняють хімічні опіки та інш.

Але, якщо згадати хімічні властивості сполук Хрому (VI), як сильних окисників (стандартний окисний потенціал E_0 перетворення $Cr^{6+} \rightarrow Cr^{3+}$ дорівнює 1,33 В) та особливості процесу корозії заліза (металевий Ферум та сполуки Феруму (II) є відновниками, електродний потенціал E_0 реакції $Fe^{+2} \rightarrow Fe$ дорівнює 0,44 В, а реакції $Fe^{+3} \rightarrow Fe^{+2}$ 0,77 В), можна спробувати знайти вирішення цього завдання.

Загальні відомості:

Експеримент з очищення води від сполук Хрому (VI) складається з приготування забрудненої води (водного розчину K₂Cr₂O₇, конструювання очисної колонки та, власно процесу очищення.

УВАГА! Всі роботи слід проводити тільки у захисних рукавичках!

Посуд і обладнання:

Стакан хімічний 50 мл
 Піпетки Пастера
 Вата скляна або бавовняна
 Ступка фарфорова з пестиком

Реактиви:

Сульфатна кислота, H₂SO₄, 5 %-й розчин
 Залізо металеве, стружки або
 грубодисперсний порошок
 Калій діхромат, K₂Cr₂O₇
 Натрій гідроксид, NaOH, 2 %-й розчин
 Дистильована вода

Техніка безпеки:

Сульфатна кислота, H_2SO_4 - дуже їдка речовина. Сильний окисник, обуглює органічні матеріали. Розчини сульфатної кислоти при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричиняють подразнення та опіки. При роботі з кислотою слід уникати розбризкування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі. Працювати з нею потрібно у спецодязі.

Калій діхромат, $K_2Cr_2O_7$ – сильний окисник. Потрапляння твердої речовини на органічні матеріали може викликати пожежу. Має подразнюючу дію при потраплянні на шкіру та слизові оболонки, може викликати хімічні опіки. Розчини можуть пошкоджувати одяг та інші матеріали, тому працювати потрібно обережно та у спецодязі.

Натрій гідроксид, NaOH – їдка речовина, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно. В жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, ємність з речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

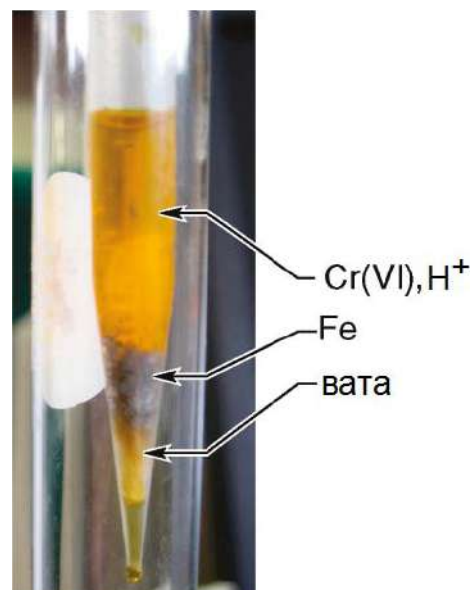
Хід досліду:

Приготування розчину $K_2Cr_2O_7$

В хімічний стакан ємністю 50 мл налити 10 мл 5%-го водного розчину H_2SO_4 та додати 0,05 г твердого $K_2Cr_2O_7$. Суміш перемішати до утворення прозорого забарвленого розчину.

Підготовка очисної колонки (див. рисунок праворуч)

- Ножицями відрізати верхню широку частину пластикової піпетки Пастера об'ємом 3 мл.
- Помістити невеликий шматок вати (скляної або бавовняної) та ущільнити її шар скляною паличкою в нижній частині піпетки (як показано на рис.).
- Отриманий шар вати повинен бути достатньо щільним щоб втримати верхній активний шар заліза, але й водночас легко пропускати водний розчин, який очищується.
- На ущільнений шар вати насипати близько 1-1,5 г (приблизна товщина шару – 1 см заввишки) залізних стружок (або грубодисперсного порошку заліза), контролюючи, щоб шар був максимально однорідний (за необхідності



ущільнення можна досягти легким постукування пальцем по піпетці). Не слід використовувати скляну паличку!

- Закріпити колонку в штативі. Під колонку поставити ємність для збирання фільтрату.

Очищення води

- В підготовлену колонку піпеткою внести 2-3 мл розчину $K_2Cr_2O_7$ та зібрати фільтрат, стежачи за змінами, що відбуваються з розчином. Якщо фільтрат в пробірці має жовте забарвлення, процедуру слід повторити., пропустивши зібраний фільтрат через колонку вдруге.

Запишіть власні спостереження за процесом та рівняння хімічної реакції, що їх підтверджує. Після закінчення фільтрації порівняйте колір зразка вихідної «забрудненої» води та зразка «очищеної» води.

Додайте до зразка «очищеної» води кілька крапель розчину NaOH. Чи відбуваються якісь зміни? Якщо так, опишіть їх за допомогою хімічних рівнянь.

Практична робота №5

НАНОТЕХНОЛОГІЇ НА ВАРТІ ЧИСТОТИ ВОДИ. СИНТЕЗ МАГНІТНИХ НАНОКОМПОЗИТІВ ТА ЇХ ЗАСТОСУВАННЯ ДЛЯ ВИДАЛЕННЯ ОРГАНІЧНИХ ЗАБРУДНЮВАЧІВ З ВОДНОГО СЕРЕДОВИЩА

Останнім часом нам всюди зустрічаються таємничі, але, як нам здається, цікаві і дуже впливові на наше життя, слова «нанотехнологія» та «наноматеріали».

Зазвичай мається на увазі щось надзвичайне, що здатне покращити можливості людини та забезпечити їй комфортне та тривале існування. Але давайте більш детально розберемося, що таке це «нано» та що корисного воно може нам подарувати.

Префікс «нано» у розмовному варіанті позначає щось дуже маленьке, що важко уявити та пізнати, користуючись повсякденними способами визначення розміру. Натомість з наукової точки зору префікс «нано» позначає одну мільярдну частку ($1/1000000000$ або 10^{-9}) чого-небудь. Наприклад, при визначенні розміру 1 нанометр = 10^{-9} метра. Саме визначення розмірних характеристик різних об'єктів і надало поштовх у розвитку цього дуже корисного напрямку сучасного життя, як «нанотехнологія» та її продукт – «наноматеріали».

Що таке наноматеріали? Це багатофазні (звичайні, на перший вигляд) матеріали, розмір частинок однієї або кількох фаз яких знаходиться в межах від 1 до 100 нанометрів. *Що таке нанотехнологія?* Це, як видно з назви, спосіб одержання наноматеріалів. *І, в решті-решт, в чому полягає унікальність наноматеріалів?* Ось і відповідь. За однакової кількості (об'єму) матеріалу, наночастинки, завдяки своїм розмірам, мають значно більшу площу поверхні.

Increased Surface Area



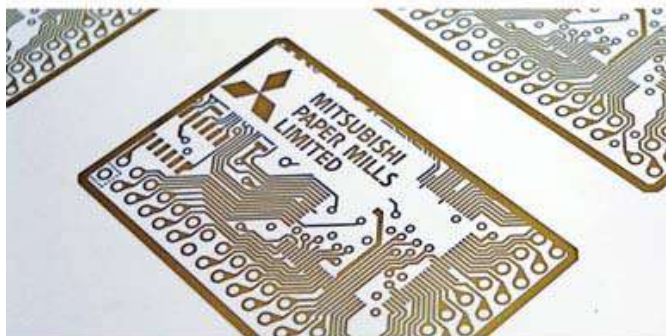
Більша поверхня може сильніше взаємодіяти з оточуючим середовищем. Як результат, властивості наноматеріалів відрізняються від властивостей традиційних матеріалів такого ж складу. Вони мають інший колір, вони краще відбивають світло,

вони більш електро- та теплопровідні, *вони* міцніші, *вони* мають інші магнітні властивості тощо. Тобто в контексті нанотехнологій розмір має критичне значення.

Ретельне вивчення та спостереження за поведінкою сполук та матеріалів на нанорівні надає нам нові знання про відомі нам речі, та змогу створити з начебто звичайних матеріалів щось дуже незвичайне та корисне. Чому ми вважаємо, що нанотехнологія та її продукт – наноматеріали такі важливі та необхідні для людства? Розглянемо декілька прикладів.

НАНОЧАСТИНКИ СРІБЛА

Сьогодні традиційні технології виготовлення електронних плат, здаються незамінними, але зовсім скоро подібну складну конструкцію можна буде роздрукувати на принтері (або просто намалювати ручкою) на звичайному папері, використовуючи електропровідні чорнила на основі наночастинок металевого срібла – найкращого провідника серед всіх металів.



ВУГЛЕЦЕВІ НАНОТРУБКИ

Використання відомим французьким виробником приладдя для великого тенісу Babolat замість традиційного вуглецевого волокна матеріалів нового типу – вуглецевих нанотрубок надало професійним гравцям нових можливостей. Конструкція стала в 5 разів міцніша, її вага зменшилася, керувати нею стало легше – і це лише декілька з безлічі переваг нового нанотехнологічного спортивного знаряддя.

НАНОСТЕРЖНІ CdSe

Сучасні сонячні батареї крихкі та потребують дуже обережного використання. Розроблені пластикові сонячні батареї можна згинати та скручувати. Завдяки хімічній структурі активного поглинаючого компоненту CdSe вони здатні працювати використовуючи інфрачервоне випромінювання, тобто звичайне теплове випромінювання.



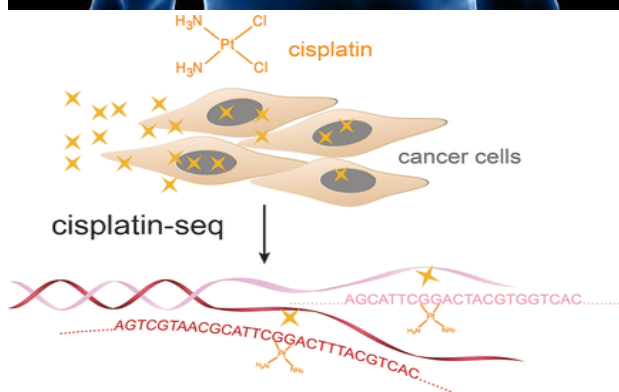
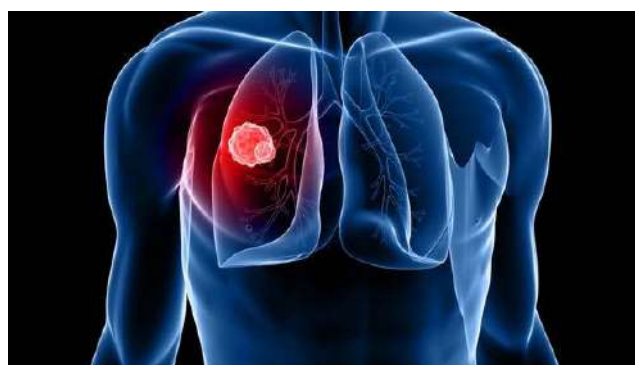
НАНОЧАСТИНКИ TiO₂ та ZnO



Сучасні засоби захисту шкіри від дії інтенсивного сонячного опромінення також є повноцінними нанотехнологічними продуктами. Наночастинки TiO₂ та ZnO, завдяки своїй здатності поглинати світлове випромінювання в ультрафіолетовій області спектра, високій біосумісності та низькій токсичності є головною активною складовою сонцезахисних косметичних засобів. При цьому повноцінної їхньої заміни, навіть серед широкого розмаїття органічних сполук, здатних поглинати ультрафіолетові промені й досі не знайдено.

НАНОКАПСУЛИ SiO₂

Розроблений німецькими вченими-медиками новий тип ліків дозволяє успішно боротися з агресивними формами раку легень та мінімізувати токсичний вплив протипухлинної хімотерапії на організм пацієнта. Наночапули SiO₂, заповнені протипухлинним препаратом цисплатиною, покриваються білковою оболонкою певної хімічної структури, яка деструктує під дією фермента металопротеїнази, що знаходиться в пухлинній тканині у великій концентрації. Деструкція білкового шару наночастинок спричиняє швидке вивільнення цисплатину виключно в пухлинній тканині, який, хімічно зв'язуючись з носієм генетичної інформації клітини (ДНК), порушує механізм реплікації та запускає процес апоптозу (смерті) ракових клітин.



Це лише невелика кількість існуючих на сьогодні наноматеріалів, перелічити всі, мабуть, просто неможливо. Частина з них можуть бути досить екзотичними для повсякденного життя, але з двома, нехай і не у вигляді наноматеріалів, ви точно знайомі – це активоване вугілля та магнетит.



Активоване вугілля, C



Магнетит, Fe₃O₄

Чому наноматеріали?

Активоване вугілля є наноматеріалом завдяки наявності пор, розмір яких коливається від 1,5 нм до 100 нм і вище. Завдяки цьому питома поверхня активованого вугілля досягає рівня 500-2000 м²/г, що також є типовим для наноматеріалів.

Зазвичай магнетит (або більш звична назва – окалина, як продукт окиснення заліза за високих температур) не є наноматеріалом. Але зміна способу одержання дозволяє синтезувати наночастинки магнетиту розміром від 15 до 50 нм.

Їхні корисні властивості

Надзвичайно висока пористість активованого вугілля дозволяє використовувати його як сорбент для очищення води та повітря від забруднень, детоксикації організму при отруєнні, як носій каталітично активних сполук.

Наночастинки магнетиту, незважаючи на те, що вони за власною природою належать до оксидів металів, мають гарні магнітні властивості – тобто притягуються до магніту, як металеве залізо або його сплави.

Отже в результаті поєднання цих різнорідних сполук ми можемо отримати новий вид наноматеріалів – наноккомпозит (де *композит* означає поєднання в одному новому матеріалі двох або більше складових; а префікс «*нано*» свідчить про те, що в цій багатофазовій системі принаймні одна з фаз має розмірність в межах 1-100 нанометрів) з дуже незвичними властивостями.

Техніка безпеки:

Сульфатна кислота, H₂SO₄ та нітратна кислота, HNO₃ – дуже їдкі речовини. Сильні окисники, можуть спричинити загоряння органічних матеріалів. Розчини кислот при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричиняють хімічні опіки. Слід уникати розбризкування розчину і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі. Працювати з ними потрібно у спецодезії.

Хлоридна кислота, HCl – їдка речовина. Розчини кислоти при потраплянні на шкіру та слизові оболонки спричиняють подразнення та опіки. Слід уникати розбризкування і потрапляння кислоти на одяг, шкіру та в очі. Працювати потрібно у спецодезії.

Натрій гідроксид, NaOH – їдка речовина, при потраплянні на шкіру та слизові оболонки викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним слід обережно. В жодному разі не можна торкатися реактиву руками. Є дуже гігроскопічним, тому наважки слід брати швидко, ємність з речовиною не слід залишати відкритою без необхідності.

Амоніак, водний розчин NH₃ – є їдкою та подразнюючою речовиною. При потраплянні на шкіру, слизові оболонки, дихальні шляхи викликає подразнення та спричиняє хімічні опіки. Працювати з ним треба обережно. Ємність з амоніаком та його сумішами не слід залишати відкритою.

Частина 1. Синтез нанокompозиту з активованого вугілля та наночастинок магнетиту

Посуд і обладнання:

Стакан хімічний 50 мл – 3 шт
Скляна паличка
Мірний циліндр на 10 мл
Піпетки Пастера
Ступка порцелянова з пестиком
Неодимовий магніт

Реактиви:

Ферум (III) хлорид, $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$
Ферум (II) хлорид, $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$
Хлоридна кислота, HCl , 2 М розчин
Амоніак, NH_3 , 1,4 М розчин
Активоване вугілля, порошок
Нітратна кислота, HNO_3 , 4 М розчин
Дистильована вода

Хід досліду:

Приготування допоміжних речовин та розчинів

1М розчин FeCl_3 в 2М HCl

Зважити 2,7 г $\text{FeCl}_3 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ та додати 10 мл 2 М HCl . Суміш перемішати до утворення гомогенного розчину.

2М розчин FeCl_2 в 2М HCl

Зважити 3,98 г $\text{FeCl}_2 \cdot 4\text{H}_2\text{O}$ та додати 10 мл 2 М HCl . Суміш перемішати (за необхідності розчин можна злегка підігріти) до утворення гомогенного розчину.

Модифікування активованого вугілля нітратною кислотою

Для покращення зчеплення поверхні активованого вугілля зі сполуками основного типу (оксидами та гідроксидами металів), порошок активованого вугілля необхідно обробити 4 М розчином нітратної кислоти. Для цього наважку 0,2 г порошку активованого вугілля залити 5 мл 4 М розчину HNO_3 та витримати отриману суміш за температури 90 °С при постійному перемішуванні протягом 1 години.

Увага! Обробку слід проводити виключно у витяжній шафі або на відкритому повітрі. Пари нітратної кислоти мають дуже подразнюючу дію.

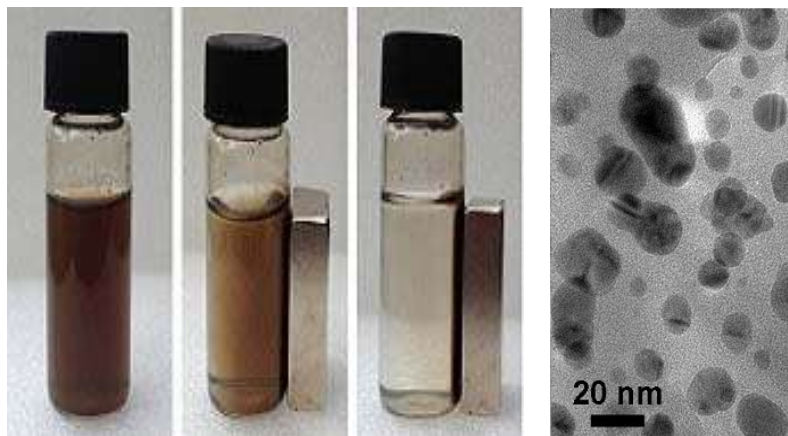
Якщо використовувати таблетки активованого вугілля, куплені в аптеці, їх потрібно ретельно розтерти, отриманий порошок промити дистильованою водою 1-2 рази для видалення допоміжних речовин та висушити.

Після відстоювання рідину слід обережно злити, а порошок вугілля ретельно промити дистильованою водою для видалення залишків нітратної кислоти. рН промивних вод після кожної промивки перевіряють лакмусом, метилоранжем або універсальним індикатором до досягнення рН від 5 до 7.

Подумайте, що може відбуватися при обробці поверхні активованого вугілля нітратною кислотою, беручи до уваги властивості кожної з цих сполук? Відповідь обґрунтуйте.

Приготування наноконкомпозиту магнетит-активоване вугілля

1. Відміряти 25 мл 1,4М розчину амоніаку в хімічний стакан або колбу.
2. В хімічний стакан ємністю 50 мл за допомогою піпеток внести 4 мл розчину FeCl_3 (1 М розчин FeCl_3 в 2 М розчині HCl), 1 мл розчину FeCl_2 (2 М розчину FeCl_2 в 2 М розчині HCl) та 0,1 г активованого вугілля, обробленого нітратною кислотою.
3. Одержану суміш розчинів солей Феруму і вугільного порошку ретельно перемішати скляною паличкою протягом 3 хв. Далі, *не зупиняючи перемішування* в суміш *по краплях* додати заздалегідь виміряні 25 мл 1,4 М розчину амоніаку зі швидкістю близько 1 крапля в секунду.
4. Після додавання всієї кількості амоніаку отриману суміш нагріти до $90\text{ }^\circ\text{C}$ і витримати за цієї температури протягом 1 год, перемішуючи та час від часу.
5. Після завершення термообробки суміш необхідно охолодити та осадити за допомогою магніту. При цьому декантацію слід проводити не знімаючи магніт (*див. рис.*). Осад ретельно промити дистильованою водою 2 рази по 10 мл, повторюючи процедуру декантації, описану вище.



При дотриманні всіх умов експерименту в результаті утворюються наночастинки магнетиту (див. рис), розподілені в порах та на поверхні активованого вугілля.

Одержаний магнітний наноконкомпозит зберегти для подальшої роботи.

Частина 2. Видалення ароматичних органічних сполук із забрудненої води за допомогою магнітного нанокompозиту

Посуд і обладнання:

Стакан хімічний на 50 мл
 Скляна паличка
 Мірний циліндр на 10 мл
 Піпетка скляна на 10 мл
 Піпетки Пастера
 Пробірки
 Штатив для пробірок
 Неодимовий магніт

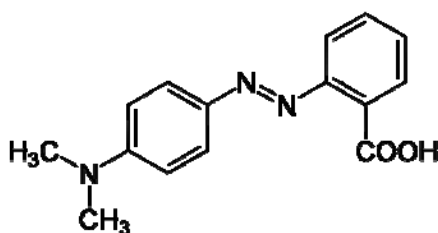
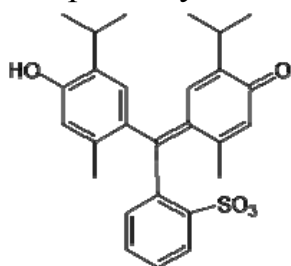
Реактиви:

Універсальний індикатор, 2 % розчин
 кислотно-основних індикаторів:
 - тимолового блакитного,
 - метилового червоного,
 - бромтимолового блакитного,
 - фенолфталеїну
 Етиловий спирт
 Фосфатний буфер з рН = 6
 Хлоридна кислота, HCl, 0,1 М розчин
 Натрій гідроксид, NaOH, 0,1 М розчин
 Дистильована вода

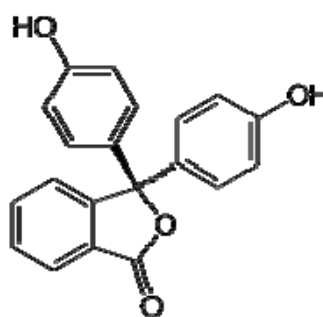
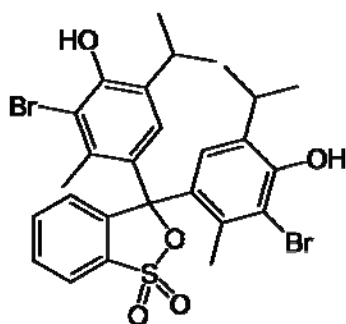
Хід досліду:

Приготування розчину універсального індикатора

Розчинити 0,025 г індикатора тимолового блакитного, 0,06 г індикатора метилового червоного, 0,3 г індикатора бромтимолового блакитного та 0,5 г фенолфталеїну в 0,5 л етилового спирту. Етанольний розчин індикаторів нейтралізувати 0,1 М розчином NaOH до зміни забарвлення на зелений та довести об'єм розчину до 1 л додавши дистильовану воду.



Тимоловий блакитний			Метилловий червоний	
рН = 1	рН = 3-8	рН = 9,5	рН = 4,5	рН = 6



Бромтимоловий блакитний			Фенолфталеїн			
рН = 0	рН = 6	рН = 7,5	рН = 0	рН=8,5	рН=10	рН=13

Приготування «забрудненого» водного середовища

Зразок «забрудненої» води готують змішуванням 18 мл розчину універсального індикатора та 2 мл фосфатного буфера з $\text{pH} = 6$. Суміш ретельно перемішати, відзначити колір отриманого розчину.

За відсутності зазначених індикаторів, експеримент з очищення води можна проводити, використовуючи «забруднену» воду власного приготування. Наприклад, зразок «забрудненої» води можна приготувати додавши 1-2 краплі аптечного розчину метиленового блакитного до 50 мл дистильованої води.

Вилучення органічних забруднювачів за допомогою магнітних наночастинок

В хімічний стакан, що містить синтезований магнітний наноконкомпозит, додати 10 мл «забрудненої» води, отриману суміш перемішати скляною паличкою протягом 3 хв. Після цього стакан поставити на магніт і витримати його в магнітному полі протягом 5-10 хв до повного осадження наноконкомпозиту (розчин над осадом повинен стати прозорим та чистим від частинок наноконкомпозиту).



Взяти чисті пробірки. В першу пробірку перенести 5 мл «очищеної» води, а в другу – 5 мл вихідної «забрудненої» води. Далі одночасно та повільно додати в кожен пробірку по каплях 0,1 М розчин HCl , спостерігаючи за змінами кольору в пробірках, порівнюючи їх. Коли колір розчинів в пробірках перестає змінюватися, таким же чином у пробірки поступово по каплях додати 0,1 М розчин NaOH , також спостерігаючи та порівнюючи зміни кольорів в пробірках. Всі спостереження зафіксувати в таблиці (с. 43).

Таким чином, даний експеримент дозволяє візуально спостерігати за ефективністю очищення води та видалення органічних забруднювачів ароматичної природи (в нашому випадку кислотно-основних індикаторів).

Зробіть висновок за отриманими результатами та порівняйте ефективність адсорбції цих сполук активованим вугіллям.

Спосіб зміни рН	Зміна кольорів	
	«Забруднена» вода	«Очищена» вода
Перед додаванням 0,1 М розчину HCl		
Додавання (по краплях) 0,1 М розчину HCl		
Перед додаванням 0,1 М розчину NaOH		
Додавання (по краплях) 0,1 М розчину NaOH		

Частина 3. Відновлення нанокompозитного сорбенту та перевірка можливості його багаторазового використання

Посуд і обладнання:

Мірний циліндр на 10 мл
Піпетки Пастера
Пробірки
Штатив для пробірок
Скляна паличка
Неодимовий магніт

Реактиви:

Етиловий спирт
Хлоридна кислота, HCl, 0,1 М розчин
Натрій гідроксид, NaOH, 0,1 М розчин

Для регенерації відпрацьованого магнітного нанокompозиту необхідно методом декантації за допомогою магніту повністю злити шар рідини («очищену» воду). До осаду додати 10 мл етилового спирту, суміш перемішати протягом 3 хв та декантувати етанол з осаду за допомогою магніту. Зазвичай етанольний розчин після промивки осаду містить близько половини суміші індикаторів від їх загальної кількості у вихідній порції (10 мл) «забрудненої» води.

Цей факт можна перевірити за зміною кольорів. Для цього треба взяти половинну кількість (5 мл) «забрудненої» води, довести її об'єм до об'єму етанольного розчину, отриманого після регенерації нанокompозиту, та додавати до обох рідин розбавлені розчини HCl та, після закінчення зміни кольорів, NaOH.

Регенований магнітний нанокompозит можна повторно використати в експерименті з очищення води, повторивши всі етапи, зазначені в **Частині 2** цієї роботи.

